

314.824

864

**MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA
MŰSZERÜGYI SZOLGÁLATA
KÖZLEMÉNYEI**

1

1 9 6 4

MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA

Műszerügyi Szolgálat

KÖZLEMÉNYEI

1. sz.

Budapest, 1964.

S z e r k e s z t e t t é k:

Lukács Gyula

Solti Mihály

Felelős kiadó: Dr. Bán Tamás

Alakja: A/4

Ivterjedelme: 9 iv A/5

Példányszám: 600

Azonossági sz: R/55

Megjelent: 1964. augusztus hónapban

Készült: A KGM. Ipargazdasági és Üzemszervezési Intézetben rota eljárással

Felelős vezető: Tóth Istvánné

Tartalomjegyzék

	Oldal
<u>BEVEZETŐ</u> - Bán Tamás	2.
<u>BEÉRKEZETT ÚJ MŰSZEREKBŐL</u>	6.
U-PYR hőmérsékletmérő és szabályozó - Hargittay Emil	
BA 350 G vákuumgőzölő - Peres Tibor	
MICROGRAPH BD kompenzációs regisztráló - Till Ferenc	
<u>MÉRÉSI SZOLGÁLTATÁSOK</u>	14.
SPEKTROSKÓPIAI SZOLGÁLTATÁSOK	
Háromkomponensű elegy vizsgálata infravörös abszorpció	
mérésével - Nemes László	
Sadtler spektrumgyűjtemény Magyarországon - Láng László	
ELEKTRONMIKROSKÓPOS SZOLGÁLTATÁSOK - Peres Tibor	
<u>KÜLFÖLDI MŰSZERÚJDONSÁGOK</u> → Solti Mihály	29.
MI-1305 M kétsugaras tömegspektrométer	
Model Q 01 decimikromérleg	
Elektronikus mikromérleg	
Model 60 regisztráló automatikus spektropolariméter	
Cat. No. 12700 radiokromatográf	
Model 6010 elektrométer	
<u>ÚJ MÉRÉSI MÓDSZEREK</u>	39.
Mágneses magrezonancia spektroszkópia - Nemes László	
<u>MÉRÉSI IGÉNYKUTATÁS</u>	55.
<u>FÜGGELÉK</u>	59.
Kölcsönműszerek szaporulata	

B E V E Z E T Ő

A "MTA Műszerügyi Szolgálatának Közleményei" periódikus kiadványunk megindítása azt a célt szolgálja, hogy ezúton nyújtott tájékoztatásainkkal is elősegítsük a különböző intézményeknél felmerülő műszerezési, mérési problémák megoldását - elsősorban azokon a területeken, melyek a MTA Műszerügyi Szolgálatának tevékenységi körébe tartoznak.

Célszerűnek látszik új kiadványunk programjának ismertetése kapcsán néhány szót ejteni magáról a Műszerügyi Szolgálatról és szolgáltatásairól.

A MTA Méréstechnikai és Műszerügyi Intézete keretében már 1953-tól működött műszerkölcsönző-tanácsadó részleg. Az Intézet megszűnte után megalakult a MTA Műszerügyi Szolgálat és 1957 óta mint önálló intézmény áll fenn. Tevékenysége a felmerülő igények szerint alakult ki az alapító minisztertanácsi és MTA elnökségi határozatok alapján.

A Szolgálat célja egyrészt, hogy az alap- és alkalmazott tudományok fejlődésének elősegítése érdekében a Magyarországon található nagyértékű speciális műszereket a kutatási célok kihasználására gazdaságosabbá tegye, másrészt, hogy emelje a tudományos, kutatási és fejlesztési munka kísérleti módszereinek műszaki kulturáját. Célja továbbá, hogy tudományosan megalapozott véleménynyilvánítással és közreműködéssel, mérési tevékenységével, műszerállományának szükséglet szerinti tervszerű fejlesztésével, a speciális műszerek korrekciójával és karbantartásával hozzájáruljon a kutatás eredményeinek növeléséhez.

E célok elérését a következő tudományos, műszaki és gazdasági jellegű tevékenységeivel szolgálja:

1. / A szaktanácsadás méréstechnikai módszerekre, műszerbeszerzésekre, műszerhasználatra terjed ki. Feladata továbbá új, nagyértékű műszerek üzembehelyezése, berendezések bemutatása, mérési módszerek betanítása. A tanácsadást a különböző tudományterületek szakértői végzik közel 1300 gyártómű, mintegy 30 000 prospektusára, katalógusára, gyártmányleírására támaszkodva.

2. / A műszer- és méréstechnikai kataszter regisztrálja az országban található speciális, nagyértékű műszereket, továbbá nyilvántartja, hogy hol, milyen jellegű mérési tevékenység folyik.
3. / A műszerkölcsonzés mintegy 1300-féle közel 4000 db műszerrel esetenként felmerülő és meghatározott, rendszerint rövidebb ideig tartó igényeket elégít ki. Így kevesebb műszerrel több igénylőt lehet kielégíteni és jelentős négazdasági megtakarítást lehet elérni. A Szolgálat foglalkozik a műszer parkjában nem lévő, de más intézmény részéről rövidebb-hosszabb ideig tartó kölcsönzésre átengedett műszerek kooperációjával is.
4. / Nagyműszeres szolgáltatásokat saját laboratóriumaiban végzi a Szolgálat. Ezek a laboratóriumok olyan területeken működnek, ahol a műszer drága, nehezen beszerezhető, kezelése különleges méréstechnikai vagy tudományos felkészültséget kíván, illetőleg, ahol a mérés volumene miatt több intézmény tevékenységének koordinálására van szükség. A vizsgálatot kívánó intézmény számára a laboratórium mérési módszert dolgoz ki, elvégzi a méréseket - szükség esetén a helyszínen - és résztvesz a mérési eredmény kiértékelésében.

Spektroszkópiai laboratóriuma ultraviolet-, látható- és infravörös tartományokban végez szerkezetvizsgálatokat, ismeretlen molekulaszerkezetű anyagok funkciós csoportvizsgálatát, kvantitatív analitikai feladatok megoldását, a mérésekhez szükséges módszerek kidolgozását. Rutinméréseként végzi: sorozatszinképek felvételét; vegyületazonosítási problémák megoldását; fényforrások intenzitás eloszlásának vizsgálatát; Sadtler-katalógus felhasználásával spektrumok kiértékelését.

Elektroakusztikai laboratóriumának működési területe: rezgésmérés; zajmérés, akusztikai hang- és zajcsillapítás, veszteségi tényező mérése; elaszticitásmodul-, utánrezgési idő mérése, komplex modulusmérés fémeknél, műanyagoknál; nyomásmérés folyadékban és gázokban; indikátordiagram felvételek; felületi érdesség mérése, gyorsulásmérések stb.

Elektronmikroszkópos laboratóriumának működési területe: felvételek és preparátumok készítése, preparációs módszerek kidolgozása; vákuumgőzölési feladatok elvégzése.

5 / Egyéb szolgáltatások az alábbi területekre terjednek ki:

Átviteli tulajdonságok vizsgálata: irányítástechnikai egységek statikus és dinamikus tulajdonságainak vizsgálata; átviteli tényező ill. átviteli függvény meghatározása.

Színmérés: szilárd testek, porok, folyadékok CIE szinkordinátáinak meghatározása; szinkülönbség mérése.

Ultrahangos vizsgálatok: roncsolásmentes anyagvizsgálati mérések; ultrahang terjedési sebesség-, abszorpció-, rugalmassági modulus meghatározása; áramlási sebesség mérése.

Hőmérsékletmérés: nagysebességű, sokmérőhelyes nagy pontosságú hőmérsékletmérés.

Vákuumtechnikai szolgáltatások keretében műszerek kalibrálása; rendszerek vizsgálata.

6 / A kutatófilmzés feladatainak központi ellátásán keresztül a Szolgálat egyrészt a filmet a kutatás eszközeként felhasználva - tulajdonrészt különleges berendezéseivel és módszerekkel felvételeket készít, közreműködik azok analitikus kiértékelésében; másrészt információk nyújtásával, dokumentációs munkájával nyújt segítséget.

7 / Egyes újabb kísérleti módszerek - mint pl. "laser", gyors regisztrálás stb. - megismerésének, kipróbálásának lehetőségeit megteremti, ezzel az alap- és alkalmazott kutatások továbbfejlődését készíti elő a hazai intézményekben.

8 / Egyes speciális, nagyértékű műszerek javítása, korrekciója és szervize. Ennek keretében látja el a Szolgálat a Brüel-Kjaer, Radiometer és Marconi műszerek hazai szervizét is.

A "MTA Műszerügyi Szolgálatának Közleményei" tevékenységi körének megfelelően egyes rovataiban foglalkozni kíván; újonnan beérkezett érdekesebb műszereinek ismertetésével; a "Kölcsönműszerek Jegyzéke 1964" megjelenése óta beérkezett kölcsönműszereinek szaporulatával; mérési szolgáltatásaival; a kutatófilmzéssel kapcsolatos kérdésekkel; új hazai műszerek ismertetésével; egyes külföldi műszertulajdonságok bemutatásával; új mérési módszerekkel és metrológiai

5.

kérdésekkel. Fel szeretnénk használni továbbá információ szerzésre az esetleges beruházási igény megismerése érdekében.

Kérjük, hogy a Szolgálat Közleményeivel, vagy magával a Szolgálat tevékenységével, működésével kapcsolatban észrevételeiket, kívánságaikat közöljék velünk.

dr. Bán Tamás
a MTA Műszerügyi Szolgálata
vezetője

B E É R K E Z E T T U J M Ű S Z E R E K B Ő L

U-PYR

/Érintésnélküli hőmérsékletmérő és szabályozó, Uher et Co. gy., Ausztria/
Alacsony hőmérsékleti tartományban is érzékeny, érintésnélküli hőmérsékletmérő műszerek a hazai gyakorlatban még kevésbé ismeretesek. Az U-PYR elnevezésű részsugárzásmérő öt méréstartományban /350...550, 500...900, 700...1200, 800...1400 és 1100...1700°C/ használható.

A mérőfej előnye, hogy a mérendő felülettől 4...6 m távolságban felállítva csak 5...20 mm átmérőjű sugárzó felületet érzékel. Így a műszert olyan távolságban lehet felállítani, hogy a hőszugárzás már nem veszélyezteti, és kis látószögű optikája biztosítja, hogy megfelelő nagyságú felületrész hőmérsékletét érzékelje. Az érzékelő fejkörnyezetének megengedhető legnagyobb hőmérséklete 40 °C, ez üzemi körülmények között is általában jól biztosítható. Ha azonban ez mégsem lehetséges, a fej vízűtésessel is ellátható. A szükséges vizigény 1...2 l/min.

Az érzékelő fej a mérőműszertől 4...6 m távolságban lehet. Tekintve, hogy ez üzemi körülmények között nem mindig valósítható meg, a mérőműszer előtt erősítő is alkalmazható. Ennek közbeiktatásával a mérőműszert az érzékelőtől max. 200 m távolságban is felállíthatjuk.

A hőmérsékletmérő fej jelei elektronikus mérőműszerbe jutnak. Ennek érzékelési sebessége 5 ms. Az egész mérőrendszer pontossága a mérési tartomány végértékére vonatkoztatva $\pm 1,5\%$. A mérőműszernek több kimenete is van, ezekhez regisztráló műszert és szabályozó művet is kapcsolhatunk. Hogy ezek közvetlenül összehangolhatók legyenek a mérőművel, a műszerben kézzel állítható feszültségforrás is van, melynek adatai mind a mérőműszerre, mind a vele kapcsolt regisztrálóra, ill. szabályozóműre is kijutnak. Így összeszabályozáskor nincs szükség sugárzó etalonra, elegendő a beépített etalont használni.

A műszerhez tárolómi is tartozik. Sok hőmérsékletmérési feladatnál a mérendő hőmérséklet /hőszugárzás/ csak rövid ideig áll rendelkezésre. Ez az idő gyakran nem elégséges ahhoz, hogy egy tehetetlen mérőműszer mutatóját a tényleges hőmérsékletnek megfelelő állásba hozza. Ha pedig kis-tehetetlenségű műszer áll rendelkezésünkre, nincs elegendő idő a rövid

mérési időtartam alatt a műszer leolvasására. A rendszeresített analóg tároló, a rövid ideig rendelkezésre álló, beérkező jeleket oly hosszú ideig bocsátja változatlan értékkel rendelkezésre, hogy az adatot regisztrálni vagy mutatós műszerrel értékelni tudjuk. A tároló által érzékelt változatlan jel időtartama lehet pl. 0,25, 1, vagy 5 s, a tárolóból kilépő analóg jel 2...30 s-re állítható be. A tárolási időtartam végén a tárolt jel önmiködően megszűnik, a tároló ekkor már további impulzusok befogadására alkalmas.

A tárolómi további alkalmazási lehetősége, hogy egy tetszés szerint beállítható időtartamon belül a fellépő legnagyobb hőmérsékletet tárolja. Érzékelési időtartama kezdetét nem kézi beavatkozással állítjuk be, hanem azt egy már a műszer által mérhető /minimum 350 °C/ hőmérsékletű testnek az érzékelő előtt való megjelenése vezérli. Ha tehát egy ilyen vagy ennél nagyobb hőmérsékletű felület jelenik meg az érzékelő előtt, a tárolómi működni kezd és egy beállítható időtartam alatt a maximális hőmérsékleti értéket rögzíti, ill. juttatja tovább a jelző-, regisztráló-, szabályozó műnek. A beállított időtartam elteltével a tároló érzéketlenné válik az imént kapott jel iránt és új jel befogadására alkalmas.

A műszerhez tartozó szabályozómi két elektronikus kapcsolóval működik. Ezek bemeneti elektroncsöveinek rácsára jut az érzékelő jele. Mindegyik kapcsolómi érzékenységi pontja a skála teljes tartományában tetszés szerint beállítható. Ha a beérkező jel nagysága a beállított értékeket eléri, a kapcsoló működésbe lép.

A műszer a fekete test sugárzására van kalibrálva. Ha azonban ismeretes a mérendő felület emissziós képessége, egy potenciométer segítségével a műszer érzékenysége ennek megfelelően beállítható, azaz a műszert így tetszés szerinti sugárzó hőmérsékletére kalibrálhatjuk. Természetesen mód nyílik a kísérleti jellegű beállításra is; ha a sugárzó test hőmérsékletét ismerjük és azt több ponton is hitelt érdemlően beállíthatjuk, a műszert ezekre kalibrálhatjuk. Ekkor a potenciométer csak arra szolgál, hogy a beérkező, állandó jel erősített értékét a skála kívánt pontján jelenítsük meg, vagy – adott esetben – az ismert hőmérsékletű jeleket a skála eredetileg felírt értékeire állíthatassuk be.

BA 350 G

/Vákuum-gőzölő berendezés elektronmikroszkópiai célokra, Balzers AG. gy.,
Liechtenstein/

Az elektronmikroszkópos vizsgálatok során alkalmazott preparatív eljárásokban egyre nagyobb, az eredmény szempontjából sok esetben döntő szerepet játszanak a megfelelő gőzölési technikával előállított fémes és nem fémes hártványok, rétegek. A különböző gőzölési problémák megoldására az elektronmikroszkópokat gyártó vállalatok rendszerint különleges, csak elektronmikroszkópiai célokat szolgáló vákuumgőzölő berendezéseket állítanak elő. Ezen a területen is csúcskészüléknek tekinthető a BALZERS BA 350 G típusú vákuum-gőzölő berendezés.

A berendezéssel elvégezhető legfontosabb preparációs eljárások:

- a/ függőleges irányú gőzölés szénrel, vagy nem fémes anyagokkal felületi lenyomatok előállításához;
- b/ ferde irányú gőzölés fémekkel árnyékolás előállítása végett;
- c/ kupos gőzölés fémekkel kupos árnyékolás előállítása végett;
- d/ burkoló gőzölés szénrel, vagy nem fémes anyagokkal burkoló lenyomatok előállításához;
- e/ fagyasztó szárítás hőre és vákuumra érzékeny anyagokon a vákuum megszakítása nélküli gőzöléssel egybekötve;
- f/ fémfelületek maratása ill. polírozása a felületi rétegnek ionbombázással történő leépítése útján, az alsó rétegek szerkezetének megváltozása nélkül;
- g/ fémek szerkezetvizsgálata nagy gyorsító feszültségű idegen ionokkal való bombázás útján.

Ezek az eljárások egyenként, de tetszőleges kombinációban is elvégezhetőek egy munkamenetben a vákuum megbontása nélkül.

A készülék három főrészből áll:

- 1/ a recipiens és benne a gőzölési folyamatokhoz közvetlenül szükséges tartozékok;
- 2/ a vákuum-szivattyú és szeleprendszer;
- 3/ az elektromos szabályzó és mérőrendszer.

1/ A recipiens tányérból /alaplemez/ és harangból áll. Belső méretei: 344 mm \varnothing , 440 mm magasság. A harang emelését ellensúly segíti. A tányér közepén van a széngőzölő, mely fölé oldalirányból három, kívülről mozgatható gőzölő csónak /vagy tetszőlegesen formált gőzölő elektróda/ állítható egymásután a recipiens középpontjába. Egy munkafolyamatban tehát négy különböző anyaggal végezhető gőzölés. Az egyes gőzölések időtartamának szabályozását segíti egy ugyancsak kívülről mozgatható árnyékoló lemez, melyet bármikor a gőzölő forrás fölé állíthatunk.

Ugyancsak a recipiens tányérjára van szerelve egy 10 kV egyenfeszültségű szikrakisüléssel dolgozó elektróda, melynek az a feladata, hogy a recipiensen belül levő alkatrészek felületét elektron- és negatív-ionbombázással megszabadítsa az elnyelt vizgőzöktől és így a szivattyuzási idő lerövidíthető legyen. A szikrakisüléshez szükséges nyomás beállítása egy, a harang tetejére szerelt túszeleppel történik.

A széngőzölő elektródák és a csónakok részére a fűtőáramot egy áramtranszformátor, a szikrakisülés részére egy feszültségtranszformátor szolgáltatja. Természetesen mindegyik feszültség kívülről, a hálózat primer oldaláról egy autotranszformátorral szabályozható.

Mint látható az eddigiekben, a recipiens felszerelése megegyezik a vékony gőzölt rétegek ipari előállítására használt készülékekben szokásos szerelvényekkel. A 350 G típusu készülék recipiense azonban még fel van szerelve hűtőkamrával és ebbe illeszthető mozgatható tárgyasztallal. Ezek teszik a készüléket különösen alkalmassá elektronmikroszkópos preparátumok készítésére.

A hűtőkamra a harang födémének a belső oldalára van felszerelve úgy, hogy a hűtőközeget lezárt recipiens esetén is be és el tudjuk vezetni, illetve folyamatos cirkulációt is biztosíthatunk. A hűtőkamra belsejébe illeszthető bele alulról a mozgatható tárgyasztal szerelvénye. Maga a tárgyasztal egy 50 mm átmérőjű korong; erre erősítjük rá a preparátumokat.

A tárgyasztallal háromféle mozgás végeztethető: forgás az asztalka tengelye körül, forgás vagy ingamozgás egy, az asztal síkjában fekvő

tengely körül, végül fölfelé, vagy lefelé irányuló elmozdulás. Ezek a mozgások egymásután, vagy meghatározott kombinációk szerint egyidejűleg is végeztethetők. A meghajtás három miniatűr elektromotorral történik, melyek vákuumban is működnek. Ferde gőzölésre a tárgyasztal a kívánt hajlási szög szerint beállítható. Avégett, hogy a gőzöléssel a preparátumokon közel egyenletesen burkoló réteget érjünk el, általában együtt alkalmazzuk a periódikus irányváltással a forgó és ingamozgást is.

A tárgyasztal egy fűtőtestre fekszik fel, amellyel 150°C -ig felmelegíthető. A fűtést a külső kapcsolószekrényből vezéreljük és a tárgyasztallal közvetlenül érintkező hőelemmel mérjük.

A hűtőkamrát folyékony levegővel megtöltve a tárgyasztalon -150°C -nál alacsonyabb hőmérséklet is elérhető. Ha emellett a tárgyasztal elektromos fűtését is bekapcsoljuk, akkor a tárgyasztalon -150°C és a szoba-hőmérséklet között tetszőleges hőmérséklet tartósan beállítható.

A hűtőkamrához tartozik, annak a tetejére szerelve, egy külön hűtőgyűrű. A tárgyasztalt legmagasabb állásába hozva az hozányomódik ehhez a hűtőgyűrűhöz s ezáltal lehetővé válik a preparátumok gyorsított hűtése. A hűtőkamra hőmérséklete mindig alacsonyabb valamivel, mint a preparátumoké, ezért a szennyeződések mindig annak a falán csapódnak le s így nem befolyásolhatják kedvezőtlenül a gőzölt rétegek minőségét.

További preparációs módszerek válnak lehetővé, ha a tárgyasztalt 180° -kal átbillentjük úgy, hogy a preparátumok felfelé nézzenek, és ebben a helyzetben a harang felső nyílásán keresztül - melyről a zárófedelejt előzetesen levesszük - segéd elektron-, vagy ionforrásból besugározzuk azokat. A tárgyasztallal természetesen ebben az esetben is lehet végezni az összes, eddig említett mozgásokat.

A recipiensben még van egy az elektronmikroszkópos preparációs technika szempontjából fontos alkatrész: az optikai rétegvastagságmérő berendezéshez tartozó mérőüveg-váltó. A rétegvastagság mérése az egyes gőzölések alatt úgy történik, hogy egy, a recipiens tányérja alatt elhelyezett fényforrásból fénysugarat vetítünk egy mérőüvegre s az

ezen áthaladó, majd a fölötte levő tükörről visszavert és ismét áthaladó, fénysugár intenzitását egy fotocellás erősítővel és mutató mérőműszerrel mérjük. A gőzöléssel egyidőben a mérőüvegre is csapódik réteg, amely a fény áthaladását, illetve reflexióját befolyásolja. Mivel a mérőüveg a preparátumtól meghatározott távolságra van, a rajta keletkezett réteg által az indikátor műszeren okozott változásból kalibráló görbék segítségével következtetünk a preparátumon keletkezett gőzölt réteg vastagságára. Az eljárás mérési tartománya fémekre 5 és 100 Å között, szénre 25 és 500 Å között, szilíciumoxidra 20 és 600 Å között van. A mérőüveg-váltónak hat különböző állása van s ennek megfelelően hat mérőüveg helyezhető el benne, s ugyanannyi vastagságmérés eszközölhető egy munkamenetben, azaz a vákuum megbontása nélkül.

2/ A vákuumszivattyú és szeleprendszerben nagyteljesítményű, DIFF 500 típusú olajdiffúziós és DUO 25 típusú elővákuumszivattyú van alkalmazva. Ez utóbbi két fokozatu, forgótárcsás olajszivattyú, melynél az olaj tisztítását gázballaszt szelep teszi lehetővé. A DIFF 500 típusú olajdiffúziós szivattyúval sorbakapcsolva a harangban hűtőkamra nélkül elérhető végvákuum kb. $5 \cdot 10^{-6}$ torr.

A készülék üzemeltetéséhez szükséges összes szelepek egyesítve vannak oly módon, hogy az egymásután következő szelepkapcsolások állítása egyetlen karral történik. Ezáltal a hibás működtetés messzemenően kikerülhető.

3/ Az elektromos szabályzó és mérőrendszerrel már részben volt szó, csupán a vákuummérő műszerről kell még megemlékeznünk. A vákuum ellenőrzése három mérőcellával történik. Ezek közül kettő, az egyik a diffúziós szivattyú előtt, a másik a harangban méri a vákuumot NV 2 típusú thermokeresztés érzékelővel, míg a harmadik mérőcella HV 2 típusú, Penning rendszerű, a gáztér ionizációjának elvén működik és a harang végvákuumát méri. A KV 313 típusú vákuummérőn olvasható le mindhárom cella által mutatott érték.

/Peres Tibor/

MICROGRAPH BD

/Kompenzációs elven működő regisztráló, Kipp et Zonen gy., Hollandia/

A Micrograph BD néven forgalomba hozott, kompenzációs elven működő regisztráló műszer, alkalmas áram- és feszültség mérésére, valamint regisztrálására $0,1 \mu\text{A}$ -tól $5 \mu\text{A}$ -ig és $0,05 \text{ mV}$ - $2,5 \text{ mV}$ -ig $6 \dots 6$ átkapcsolható sávban. Belső ellenállása feszültségmérésénél $10\,000 \Omega/\text{V}$, árammérésnél az $1 \mu\text{A}$ tartományban 54Ω . A mérésnél alkalmazható külső ellenállás a $0,1 \mu\text{A}$ -es tartományban $500 \dots \infty \Omega$, a többi összes mérés-határban $0 \dots \infty \Omega$. Beállási ideje 1 s , mérési pontossága 1% , linearitási hibája /holt zóna/ $0,25\%$. A papírtovábbítási sebesség a BD 1 jelű készüléknél $60 \dots 1\,440 \text{ mm/h}$, a BD 2 jelűnél $60 \dots 14\,400 \text{ mm/h}$, míg a BD 3 jelűnél $2\,400 \dots 57\,600 \text{ mm/h}$.

A műszer különlegesen nagy érzékenységét az alkalmazott galvanométeres nullindikálási módszernek köszönheti.

A műszerben lévő tükrös galvanométer fénye, kompenzálatlan állapotban, előjeltől függően a váltóáramu hidba kapcsolt fényellenállások egyikét világítja meg, mely a tranzistorokból felépített erősítő bemenetére jelet szolgáltat. A felerősített jel működteti az erősítő kimenetére kapcsolt szervo-motort, mely kompenzáló potenciométert /ez van a regisztrálótollal kapcsolatban/ a bemeneti kör árammentes állapotának megfelelő helyzetbe hozza. Ekkor a galvanométer a két fényellenállást egyformán világítja meg és így az erősítő vezérlő jelet nem kap. A kompenzáló feszültséget nagy stabilitású száraztelep szolgáltatja. A szervorendszer káros lengésének megakadályozására korszerű tacho-generátoros visszacsatolást alkalmaztak. Az előlapra kivezetett potenciométer segítségével a készülék nullpontja tetszés szerinti skálaértékre állítható.

A készülékbe a kompenzáló potenciométer érintkezőjével mechanikusan kapcsolt követő potenciométert is beépítettek, amely alkalmas integrátorok, szabályozók, szervorendszerek, relék működtetésére. Beépített külön jelölőtoll segítségével lehetőség van kézi-, vagy elektromos uton idő- vagy egyéb jel rögzítésére. Előnyös megoldás a készüléken, hogy a papírtovábbító motor kikapcsolása esetén a regisztrálótoll automatikusan felemelkedik a papírról.

13.

A gyártó vállalat kívánatra mérőhely átkapcsolót is szállít. Ennek segítségével a Micrograph 4-mérőhelyes automatikus mérőhelyváltó regisztráló műszerré alakítható át. A mérőhelyváltás időtartama 3, 6, illetve 12 s lehet és minden mérőhely tetszés szerinti méréshatárra és nullhelyzetbe állítható be.

A műszer felhasználási területe igen széleskörű. A nagyérzékenységű áram- és feszültség regisztráláson, illetve méréseken tulmenően jól használható pl. gázkromatográfiás berendezések irómszereként, ahol a követő potenciométer alkalmas a méréseket kiértékelő integrátor vezérlésére. Felhasználható továbbá a készülék egyenáramú erősítőként, az elérhető maximális erősítés a 0,05 mV-os méréshatárban a követő potenciométerre kapcsolható maximálisan 50 V-os feszültség esetén 10^6 . Ugyanezen kapcsolatban a követő potenciométerre váltakozó feszültséget kapcsolva egyen-váltakozó feszültségű átalakító erősítőként is működtethető.

A felhasználást nagymértékben megkönnyíti az, hogy a bemenő kör függetlenített a földtől és hogy a mérővezetékek árnyékolást nem igényelnek.

/Till Ferenc/

MÉRÉSI SZOLGÁLTATÁSOK

SPEKTROSKÓPIAI SZOLGÁLTATÁSOK

Háromkomponensű elegy vizsgálata infravörös abszorpció mérésével.

A Műszerügyi Szolgálat Spektroszkópiai Laboratóriumában az ultraibolya és látható spektrumterületek mellett az infravörös tartományban is végzünk méréseket. A felmerülő problémák zöme molekulaszervezet-vizsgálati természetű. A szerkezetanalitikai feladatok általában kvalitatívok, tehát inkább a szinképből megjelenő sávok frekvenciája, illetőleg bizonyos sávok viszonylagos intenzitásai döntőek, és nem az egyes sávok intenzitása. Más a helyzet természetesen akkor, ha elegyek összetevőinek arányát ill. abszolút koncentrációjukat kell meghatározni, ilyenkor a sávintenzitások pontos és reprodukálható mérése a fontos. Az alábbiakban egy háromkomponensű elegy kvantitatív analizésére alkalmas infravörös spektroszkópiai módszert ismertetünk, amelyet a laboratóriumban dolgoztunk ki. Tekintve, hogy konkrét ipari problémáról van szó, nem nevezzük meg a komponenseket, hanem A, B és C betűkkel jelöljük őket.

Az elegy komponensei szerves nitro-származékok, igen hasonló molekulaszervezettel, kettő egymás szubsztitúciós izomereje. E tényből következik, hogy infravörös szinképek igen hasonlóak, csak az 1000 cm^{-1} alatti szinképterületen lépnek fel jelentős felhasználható különbségek.

A módszer kidolgozásában figyelemmel kellett lenni arra, hogy a gyakorlatban előforduló elegyek tisztítási művelet termékei, így a domináló komponens mellett a másik kettő kicsiny koncentrációja, mindössze néhány százalékban van jelen.

A módszer kidolgozásának első lépéseként felvettük a tiszta komponensek spektrumait, NaCl lapok között létrehozott kapilláris filmeket használva. Az analitikai célra alkalmazandó sávok kiválasztásában a következő általános szempontokat vettük figyelembe:

- 1/ az egyes komponensek analitikai sávmaximumának helyén a másik két komponens abszorpciója minél kisebb legyen;
- 2/ a nagyobb koncentrációjú komponens analitikai sávjának intenzitása minél kisebb legyen a kisebb koncentrációjú intenzitásaihoz képest;
- 3/ a kiválasztott három sáv minél szűkebb hullámszám-intervallumban fekdjék, hogy a műszeres zavaró hatások: nem reprodukálható sáv- szélesség, nagyobb mérvű szórtfény, a 100% vonal görbülete, légköri abszorpció, és a sávok félértékszélességéhez képest túl nagy spektrális résszélesség egyformán érvényesüljenek;
- 4/ az analitikai sávok helyén az oldószer lehetőleg spektrálisan "át- látszó" legyen.

A legmegfelelőbbnek az alábbi sávok mutatkoztak: az A komponensre; 775 cm^{-1} ; a B komponensre 787 cm^{-1} és a C komponensre; $920 \text{ ill. } 837 \text{ cm}^{-1}$. Ezek a sávok olyan területen fekszenek, ahol - a koncentráció értékek miatt szükséges nagy rétegvastagságban - sem halogéntar- talmu, sem aromás oldószerek nem megfelelőek, mivel intenzív sávjaik vannak. Vizsgálataink szerint a ciklohexán a legmegfelelőbb oldószer, bár 905 cm^{-1} -nél ennek is olyan intenzív sávja van, amely a használt $555 \mu\text{m}$ -es rétegvastagságban az automatikus erősítésszabályozás hasz- nálatát tette szükségessé, hogy a C komponens 920 cm^{-1} frekvenciájú sávját megbízhatóan lehessen regisztrálni.

Ha $555 \mu\text{m}$ rétegvastagságu küvettát használunk, akkor kb. 10 suly/ suly%-os összkoncentrációjú oldatra van szükség ahhoz, hogy az ana- litikai sávmaximumok a pontosabban mérhető és T%-ban szigoruan line- áris tartományba /15%...80%/ essenek.

Ilyen koncentrációjú oldatok esetén nem lehet azonos rétegvastagságu kompenzációs oldószerküvettát használni, mert a vizsgálandó minta feloldása az oldószerben megváltoztatja annak térfogatát. Az így be- következő hibát - amely egyébként csak a 920 cm^{-1} -es sávon jön szá- mitásba- azzal lehet kisebbíteni, hogy a kompenzációs rétegvastagsá- got csökkentjük. Vizsgálatainkban 5%-al vékonyabb réteget, azaz $528 \mu\text{m}$ -es, ciklohexánnal töltött kompenzáló küvettát alkalmaztunk.

A fentiek figyelembevételével a Perkin-Elmer 221 típusu infravörös spektrofotométerrel végrehajtott mérések során az alábbi műszeres paramétereket választottuk:

mérési tartomány: $950 \dots 750 \text{ cm}^{-1}$;

abszcisszalépték: $25 \text{ cm}^{-1} / \text{cm}$;

résprogram: 960 skálaosztás;

automatikus erősítésszabályozó 20% minimális T-re beállítva;

Nernst izzó /fényforrás/ izzitóáram: 0,32 A;

felvételi sebesség: kb. $30 \text{ cm}^{-1} / \text{min}$;

rétegvastagság: $555 \mu\text{m}$ /NaCl kivetta/;

kompensációs rétegvastagság: $528 \mu\text{m}$;

100% beállítás: 940 cm^{-1} -nél;

maximális erősítési fokozat: 4;

regisztrálótoll sebesség: 1100 skálaosztás /megfelel 3 s teljes kitérés időnek/;

elektromos időállandó: 2 fokozat;

szórtfényyszűrő: beiktatva.

Kalibrációs mérések

Ezeknek a méréseknek az volt a célja, hogy megállapítsuk a későbbi számításokhoz szükséges ϵ értékeket, amelyek jelen esetben az 1 suly/suly %-os oldat optikai denzitását jelölik.

Figyelembevéve, hogy az A komponens a B és C komponensekhez képest kb. 20-szoros mennyiségben van jelen az analizálandó minták esetében, az ϵ értékek meghatározását nem lett volna helyes pusztán a B ill. C komponenst tartalmazó oldatok segítségével elvégezni. Ezért a zavaró hatást oly módon igyekeztünk kiküszöbölni, hogy a kisebb koncentrációju komponenseket nem tiszta ciklohexánban, hanem ismert koncentrációju A/ciklohexán elegyben oldottuk fel. Az oldószerként alkalmazott elegy spektruma alapján megállapítottuk azokat a korrekciós értékeket, amelyekkel a kisebb koncentrációju komponensek abszorpcióértékeit - azok specifikus abszorpciójának megállapítása során - a kiválasztott hullám-számokon korrigáltuk. Az így kapott optikai denzitás adatokat a ciklohexánra vonatkoztatott suly/suly% függvényében ábrázolva, mindkét komponens esetében, mindegyik hullámhosszon olyan egyeneseket kaptunk,

amelyek 0%-hoz tartozó tengelymetszete általában kisebb volt 0,005 abszorbanca egységnél. Magának az A komponensnek is felvettük az "optikai denzitás - koncentráció" függvényét, amely szintén az origón átmenő egyenesnek adódott.

A kalibrációs elegyek koncentrációját a minta valószínű összetétel-változásainak megfelelően állapítottuk meg, azaz a nagy koncentrációju A komponensre nézve 7 és 10 suly/suly% között három elegyet, a másik két komponensből pedig 0,3 és 1 suly/suly%-os koncentrációhatárok között szintén három-három elegyet mértünk. E kisebb koncentrációju komponensekre nézve ez az abszolút koncentráció intervallum kb. 2 és 10% A komponensre vonatkoztatott relatív koncentráció intervallumnak felel meg, figyelembevétel, hogy az oldószerként alkalmazott A/ciklohexán elegy A koncentrációja 8,81 suly/suly% volt.

Az alábbiakban közöljük a 920, 787 és 775 cm^{-1} rendszerre ill. a 837, 787 és 775 cm^{-1} rendszerre érvényes ϵ értékeket. Ezek indexelésével kapcsolatban megjegyzendő, hogy az első index sávhelyet, a második a komponenseket különbözteti meg olyan értelemben, hogy az 1, 2 és 3 index a 920, 787 és 775 ill. 837, 787 és 775 cm^{-1} sorrendre, majd az A, B és C sorrendre utal. Az ϵ_{23} például a C komponens 787 cm^{-1} -nél érvényes specifikus extinkcióját adja meg.

I. rendszer /920, 787 és 775 cm^{-1} /

$$\epsilon_{11} = 0 \quad \epsilon_{12} = 0 \quad \epsilon_{13} = 0,132$$

$$\epsilon_{21} = 0,024 \quad \epsilon_{22} = 0,210 \quad \epsilon_{23} = 0,025$$

$$\epsilon_{31} = 0,060 \quad \epsilon_{32} = 0,065 \quad \epsilon_{33} = 0,056$$

Ezzel a rendszerrel kapcsolatban meg kell jegyezni, hogy 920 cm^{-1} -nél az optikai denzitásból 0,015-öt háttérkorrekcióként le kell vonni.

II. rendszer /837, 787 és 775 cm^{-1} /

$$\epsilon_{11} = 0,020 \quad \epsilon_{12} = 0 \quad \epsilon_{13} = 0,225$$

$$\epsilon_{21} = 0,024 \quad \epsilon_{22} = 0,210 \quad \epsilon_{23} = 0,025$$

$$\epsilon_{31} = 0,060 \quad \epsilon_{32} = 0,065 \quad \epsilon_{33} = 0,056$$

A módszer értékelése

A fent ismertetett módszer értékelésére három olyan ismert összetételű elegyet analizáltuk, amelyek koncentrációviszonyai a gyakorlatban várható értékeket képviselték.

Előzetes megfontolások arra mutattak, hogy az I. rendszer megfelelőbb, így mind a három elegy vizsgálatára csak ezt alkalmaztuk, míg annak igazolására, hogy a II. rendszer kevésbé jó, csak egy ilyen elegy analizisét végeztük el.

A számítások menetének illusztrálására a III. jelű elegy analizisét részletesen tárgyaljuk.

A mérési adatok alapján a következő háromismeretlenes egyenletrendszer írható fel: /a baloldalon az I. módszer szerint mért optikai densitások értékei szerepelnek./

$$0,045 = 0 \cdot c_1 + 0 \cdot c_2 + 0,132 \cdot c_3$$

$$0,350 = 0,024 \cdot c_1 + 0,210 \cdot c_2 + 0,025 \cdot c_3$$

$$0,620 = 0,060 \cdot c_1 + 0,065 \cdot c_2 + 0,056 \cdot c_3$$

A c_1 , c_2 és c_3 az A, B ill. C komponensek koncentrációit jelölik. Együtthatóik az I. rendszer E értékei. Ezt az egyenletrendszert a lineáris egyenletrendszerek általános megoldási módszere szerint az együtthatókként szereplő E-okból és az optikai densitás értékekből alkotott determinánsok kifejtésével és az így kapott értékek hányadosképzésével lehet megoldani az alábbi módon.

$$c_1 = \frac{D_1}{D} \quad c_2 = \frac{D_2}{D} \quad c_3 = \frac{D_3}{D}$$

A determinánsok felírása és kifejtett értékei a következők:

$$D = \begin{vmatrix} 0 & 0 & 0,132 \\ 0,024 & 0,210 & 0,025 \\ 0,060 & 0,065 & 0,056 \end{vmatrix} = -0,00146$$

$$D_1 = \begin{vmatrix} 0,045 & 0 & 0,132 \\ 0,350 & 0,210 & 0,025 \\ 0,620 & 0,065 & 0,056 \end{vmatrix} = - 0,01373$$

$$D_2 = \begin{vmatrix} 0 & 0,045 & 0,132 \\ 0,024 & 0,350 & 0,025 \\ 0,060 & 0,620 & 0,056 \end{vmatrix} = - 0,0008$$

$$D_3 = \begin{vmatrix} 0 & 0 & 0,045 \\ 0,024 & 0,210 & 0,350 \\ 0,060 & 0,065 & 0,620 \end{vmatrix} = - 0,00050$$

A számított koncentrációértékek a következők:

$$c_1 = 9,42, \quad c_2 = 0,547, \quad c_3 = 0,34.$$

Ezek az értékek a ciklohexánra vonatkozó abszolút koncentrációkat adják meg, a belőlük számítható relatív koncentrációk /tehát az A, B és C komponensek egymásközi aránya/ az alábbiak:

$$c_{1,rel} = 91,50, \quad c_{2,rel} = 5,35, \quad c_{3,rel} = 3,15.$$

A III. elegendő súlymérési adataiból számított valódi relatív koncentrációkkal a fenti értékeket összehasonlítva, a következő abszolút és relatív eltérések állapíthatók meg: /abszolút eltérésen a valódi és számított relatív koncentrációk különbsége értendő, míg a relatív eltérés ennek és a valódi értéknek a hányadosát adja %-ban/:

	súlymérés	spektrum	abszolút eltérés	relatív eltérés
A	92,95	91,50	- 1,45	- 1,6%
B	4,02	5,35	+ 1,33	+33,0%
C	3,02	3,15	+ 0,13	+ 4,3%

Az I. és II. elegyek számításait analóg módon végeztük el, eredményeinket az alábbiakban adjuk meg:

I. elegy

	suly mérés	spektrum	abszolút eltérés	relatív eltérés
A	89,83	88,04	- 1,79	- 1,99%
B	7,22	8,69	+ 1,47	+ 20,36%
C	2,94	3,26	+ 0,32	+ 10,88%

II. elegy

	suly mérés	spektrum	abszolút eltérés	relatív eltérés
A	88,36	86,39	- 1,97	- 2,23%
B	2,84	3,35	+ 0,51	+ 17,96%
C	8,80	10,25	+ 1,45	+ 16,48%

A három szintetikus elegy relatív eltéréseinek vizsgálata arra mutat, hogy a módszer hibája a megadott összetételi arányok között az összetételtől eléggé függetlenül befolyásolja az eredményeket, így állandó korrekcióként figyelembe lehet venni az eredmények finomítására. Ha a három elegy eredményeiből kiszámítjuk a három komponens relatív eltéréseinek átlagát, akkor azokból a következő korrekciós faktorokat lehet képezni:

	átlagos relatív eltérés	korrekciós faktor
A	- 1,85	1,018
B	+ 23,4	0,766
C	+ 12,3	0,877

Ha mármost ezekkel a korrekciós faktorokkal a három elegy számított relatív koncentrációit beszorozzuk, akkor természetesen jóval kisebb abszolút eltéréseket kapunk:

	I.	II.	III.
A	- 0,21%	- 0,41%	+ 0,54%
B	- 0,31%	- 0,18%	- 0,08%

Ezeknek az adatoknak az alapján megállapítható, hogy a három komponens analízisét - a fenti előírásokat figyelembevéve és a leírt korrekciót alkalmazva - az elegy komponenseinek relatív koncentrációjában kifejezve az A-ra nézve kb. $\pm 0,4\%$, a B és C komponensekre nézve pedig kb. $+ 0,2\%$ pontossággal lehet elvégezni.

A módszer alkalmazhatóságára nézve meg kell jegyezni, hogy az itt tárgyaltak teljesen általános érvényűek ugyan, de az ϵ -ok és a korrekciós faktorok értékei mindenkor a méréshez használt spektrofotométerre is jellemzőek, így fenti számszerű értékük csak a Laboratórium készülékére vonatkozik.

/Nemes László/

Sadtler spektrumgyűjtemény Magyarországon

A Műszerügyi Szolgálat Spektroszkópiai Laboratóriumában /Budapest XI., Gellért tér 4. Budapesti Műszaki Egyetem, Szerveskémiai Tanszék/ a tudományos és ipari kutatók rendelkezésére áll a Heyden et Son angol cég kiadásában megjelent "Sadtler Standard Spectra" infravörös spektrumgyűjtemény. A gyűjtemény igen jelentős értéket és kutatási segédeszközt képvisel a benne lefektetett tudományos adatok felhasználási lehetőségénél fogva.

A Sadtler infravörös spektrumatlasz mintegy 20000 anyag szinképet tartalmazza grafikus formában és évente kb. 1800 új felvétellel gyarapszik. A gyűjtemény két részből áll; egyrészt a legtisztább anyagokról készített standard spektrumokból, másrészt kereskedelmi anyagok szinképeiből. A felvételekhez felhasználandó anyagok ellenőrzésével a SADTLER KUTATÓ LABORATÓRIUM foglalkozik. Ha egy anyag tisztasága nem éri el a 98%-ot, automatikusan a kereskedelmi gyűjteménybe kerül. Ez utóbbiban ezeken kívül polimerek, oldószerek, viaszok, gyanták, felületaktív anyagok stb. szinképei szerepelnek.

A spektrumok $450 \dots 5000 \text{ cm}^{-1}$ / $15,4 \dots 2 \mu\text{m}$ /-es intervallumban vannak felvéve $16 \times 5 \text{ cm}$ -es méretben, hullámhossz kontra transzmisszió százalékban. Az abszcissza hullámhosszban lineáris, de fel vannak tüntetve a hullámszámok is. A szinképeken, felvételi körülményeken /készülék, koncentráció, oldószer, stb./, karakterisztikus szinképadatokon kívül a katalógus feltünteti az anyagok nevét, szerkezeti képletét, /fp/-jét és eredetét is. Gyorsan és biztosan használható az atlasz anyagok összehasonlítására, ismeretlen vegyületek és többkomponensű keverékek identifikálására, szennyezések kimutatására és azonosítására, hasonló felépítésű, vagy azonos szerkezeti résszel rendelkező anyagok közös infravörös spektrumbeli sajátosságainak felismeréséhez, egyes funkciócsoportok spektroszkópiai jellemzőinek megállapításához, ismeretlen anyagok szerkezetének részleges vagy teljes meghatározásához - kokonvegyületek segítségével.

Az atlasz használatához nem szükséges válogatógép, mivel különböző mutatók segítségével is gyorsan meg lehet találni a keresett szinképet. A katalógushoz a következő mutatók tartoznak: 1/ betűrendes, a Chemical

Abstracts-ben használt kémiai nevekkel, 2/ összegképletindex, 3/ funkciócsoportok szerinti index; 4/ SADTLER spektrumok sorszáma szerinti mutató; 5/ kereskedelmi nevek alfabetikus mutatója. A mutatókon kívül egy ismeretlen anyag szinképsávjainak helye és intenzitása alapján is visszakereshetünk egy különleges keresővel, mely a legintenzívebb szinképsávok szerint van kódolva. A szinképet intervallumokra osztja és minden intervallumban feltünteti a legintenzívebb sávot bizonyos számkulcs segítségével. Az így nyert szám alapján is könnyen megtalálható a megfelelő spektrum. A gyűjtemény igénybevétele előzetes telefonmegbeszéléshez kötött. Közlelbi felvilágosítást Láng László /258-930, :267 mellék/ és Sohár Pál /138-047, :8 mellék/ adnak.

/Láng László/

ELEKTRONMIKROSKÓPOS SZOLGÁLTATÁSOK

Az átvilágítással dolgozó elektronmikroszkópokat feloldóképességük szerint három csoportba szokás sorolni. Az első csoporttal, az u.n. asztali- vagy kis elektronmikroszkópokkal elérhető legjobb feloldóképesség kb. 3 nm;^{*} a közepes teljesítményű készülékekkel ez a feloldó képesség 1 és 2 nm közötti értékre fokozható; a legjobb készülékekkel 0,5 és 1 nm közötti feloldóképesség érhető el.

Hangsúlyozni kívánjuk, hogy a fenti határok nem szigorúan vett értékeket jelentenek, továbbá, hogy egy készülékkel elérhető optimális feloldóképesség megállapításakor egyrészt a készüléknek kifogástalan állapotban kell lennie, másrészt megfelelő preparátummal is kell rendelkezni. A feloldóképesség exakt megállapítására kevésbé alkalmasak a szokásos, a kristályrács síkok leképzését lehetővé tevő preparátumok; a preparációs technika jelenlegi állása szerint a pontfeloldás megállapítására a speciális eljárással készült platina-iridiumszemcsés preparátumok a legalkalmasabbak.

Az első csoportban említett asztali elektronmikroszkópok az utóbbi évtizedben nagyon elterjedtek, főképen ipari laboratóriumokban és a csucskészülékek melléti üzemeltetésben tájékozódó vizsgálatokhoz, valamint tartalékkészülékként. Általában 50 kV gyorsítófeszültséggel dolgoznak, melynek stabilitása: dU/U megközelíti a $10^{-4}/30$ s értéket. Elektronoptikai nagyításuk 1000-20 000-szeres között állítható. Mágneses lencsék esetén a lemeáramok stabilitásának kb. azonosnak kell lenni a gyorsítófeszültség stabilitásával. Az ilyen készülékekkel a fénymikroszkópok tartományához csatlakozva rutinszerűen akár tömeges vizsgálatokat is végezhetünk a mindennapi gyakorlat gyártmányellenőrzési és ehhez hasonló igényeinek megfelelően.

A harmadik csoportban említett csucskészülékek teljesítményeivel és az ott fellépő problémákkal, továbbá az elektronmikroszkópia fejlődésének kérdéseivel más alkalommal kívánunk foglalkozni. Itt csak azt jegyezzük meg, hogy az ezekkel elérhető különleges teljesítmények különleges erőfeszítéseket is igényelnek, és 6-10 órai előzetes üzemeltetés is szükséges a megfelelő stabilitás biztosításához, ill. felbontás eléréséhez.

^{*} $1 \text{ nm} = 10 \text{ \AA} = 10^{-9} \text{ m}$

A továbbiakban a másodikként említett közepes készülékek jellemzőit és az azokkal elérhető teljesítményeket kívánjuk ismertetni, annak kapcsán, hogy a Műszerügyi Szolgálatnál ezen típusu készülékek egy példánya másfél év óta részben kölcsönzési, részben szolgáltatási céllal, üzemben van és a jövőben fokozottabb mértékben, mint szolgáltatást ellátó készülék fog a hazai üzemeknek és intézeteknek rendelkezésére állni.

Megjegyezzük, hogy az utóbbi években hazánkban az elektronmikroszkópok terén való gyarapodás rohamos volt. Ennek jellemzésére szolgáljanak a következő adatok: 1950 és 1960 között 8 db elektronmikroszkópot szereztünk be országos viszonylatban. A Műszerügyi Szolgálat országos műszerkataszterének kimutatása szerint 1962 év végén már 23 db volt üzemben és ez a szám 1963-ban további 6 db-bal növekedett. Ennek ellenére még mindig számos kutatóintézet és iparfejlesztéssel foglalkozó vállalat nem rendelkezik megfelelő elektronmikroszkópos vizsgálati lehetőséggel. Ezeknek kíván a Műszerügyi Szolgálat új laboratóriumával segítséget nyújtani.

Véleményünk szerint a második helyen említett csoporthoz tartozó készülékek teljesítménye általában kielégítő a ma aktuális kutatási problémák többségének ellátásához s egyben az ilyen készülékek kezelése, karbantartása csak annyira bonyolult, hogy velük még a rutinszerű üzem folyamatos fenntartása biztosítható. A fenti célok ellátására a Műszerügyi Szolgálatnak rendelkezésére áll a Werk für Fernsehelektronik, Berlin, NDK cég SEM 3 típusu készüléke.

A készülék elektronforrása izzókatódból, vezérlőelektródából és anódból álló triódarendszer, melyhez egy kívülről szabályozható áramu kondenzorlencse csatlakozik. Ez utóbbi szükséges ahhoz, hogy nagy nagyítások esetén a tárgy síkjában kielégítő sugárintenzitást érjünk el. A gyorsító feszültség 40, 60, 80 és 100 kV-os fokozatokban szabályozható.

A készülékkel elérhető 1,5 nm-es feloldási határ biztosítása végett a gyorsító feszültség ingadozását 1×10^{-5} /30 s értékre kellett csökkenteni. A stabilitás és egyéb okok miatt - mint pl. a nagyítás széles határok között történő változtatási lehetősége - mágneses lencsét alkalmaztak. A leképező rendszer objektívól, köztilencséből és projektív-lencséből áll. Ez az elrendezés viszonylag rövid mikroszkóp csövet eredményez és 1,5...2 nm feloldási határ mellett 100 000-szeres elektronoptikai, illetve ötszörös fényképeszeti nagyítást feltételezve - 500 000-szeres

Össznagyítás elérését teszi lehetővé. Kedvező esetben, ha a fotografiai nagyítás mértéke növelhető, még ennél nagyobbat is.

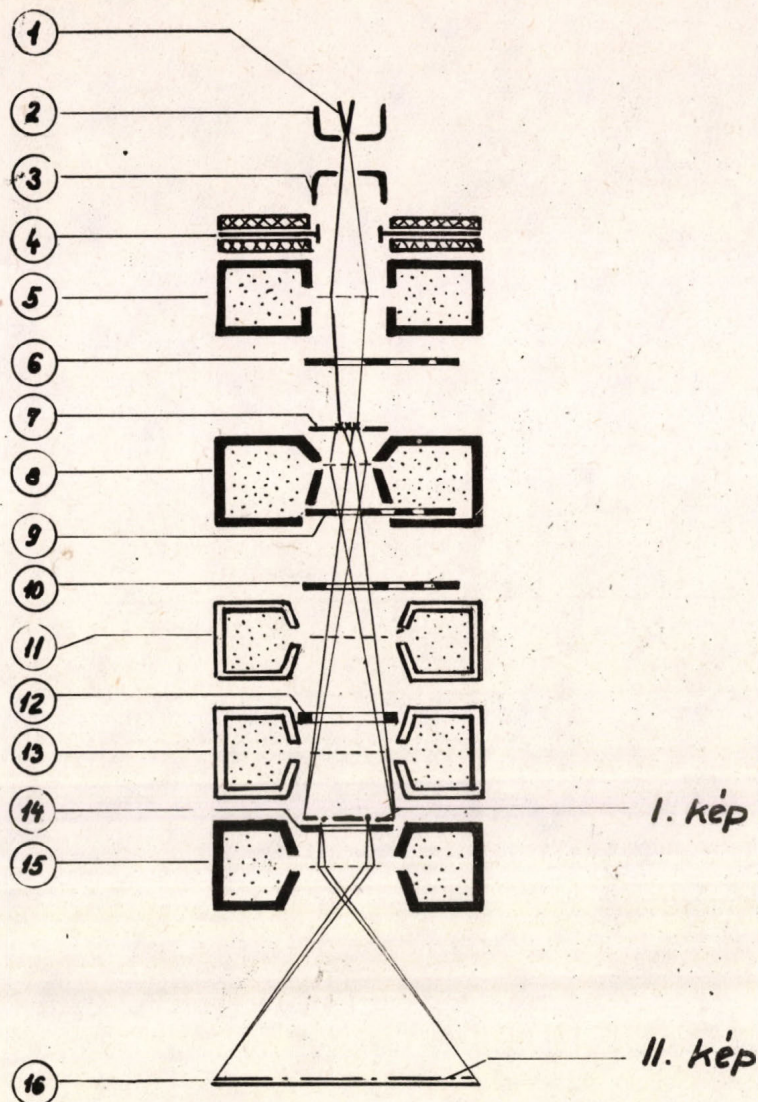
Az elektronoptikai nagyítás 1 000...100 000-szeres tartományban 11 fokozatban változtatható, de - tapasztalatunk szerint - mód van a fokozatok közötti értékek beállítására is a köztilencse áramának változtatásával, megfelelő kalibrációval. Két köztilencse alkalmazásával ugyanis elérhetővé vált egyrészt a teljes képernyő kivilágítása, illetve kihasználása mellett a széles nagyítási tartomány biztosítása, másrészt az objektív gyújtósíkjának a leképezése, és ezáltal u,n. elhajlási kép előállítás. A készülékkel biztosítható fontosabb üzemmódokat és a leképezés menetét az 1. ábrán szemléltetjük.

Az 1/a ábra mutatja a tárgy leképezését kicsiny nagyítások esetén, át-nézeti kép előállítására. A köztilencse ebben az esetben kicsinyít. Az 1/b. ábra ugyanazt a leképezést mutatja, sötét látótérrel. Az apertura-nyílás eltolásával elérhető, hogy a leképezést csak a tárgyról szóródó elektronok végzik. Az 1/c. ábrán látható, hogyan történik a tárgy egy kicsiny tartományának a leképezése nagy nagyítások esetén. Az 1/d. ábrában látható sötét látómezejü leképezés meghatározott reflexiókkal. Ez az előző sötétlátóterü leképezéstől abban különbözik, hogy először egy elhajlási képet állítunk elő, majd beiktatjuk az apertura-nyílást a sugár útjába úgy, hogy csak a kiválasztott reflexiót engedje át.

A készülék objektívlencséje el van látva stigmátorral. Csak ezáltal vált lehetővé az astigmatikus gyújtótáv különbséget $1 \mu\text{m}$ alá csökkenteni, ami a feloldóképesség eléréséhez szükséges. Az objektívlencse árama olyan mértékben van stabilizálva, hogy annak relatív változása egy felvétel előkészítéséhez és véghezviteléhez szükséges, általában 30 s-ra tehető idő alatt ne legyen nagyobb $2 \cdot 10^{-5}$ -nél.

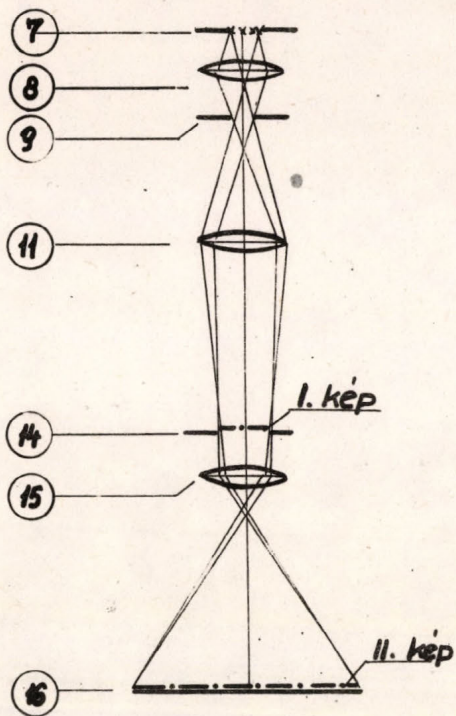
A kép élesreállításának ellenőrzésére, továbbá a stigmátor helyes beállítására egy ötszörös nagyító szolgál. A képek rögzítése $6,5 \times 9$ cm méretű fotografiai lemezekon történik, melyekből egyszerre 12 db helyezhető a vákuumtérbe. További 12 db egy külön exszikkátor térben felhasználás előtt előre evakuálható /előszárítható/.

A szükséges 10^{-4} torr vákuum elérését és fenntartását sorbakapcsolt olajdiffúziós és kétfokozatu rotációs olajszivattyu biztosítja. A szivattyurendszer kapcsolása szeleprendszerrel történik, mely a hibás kapcsolást kizárja.

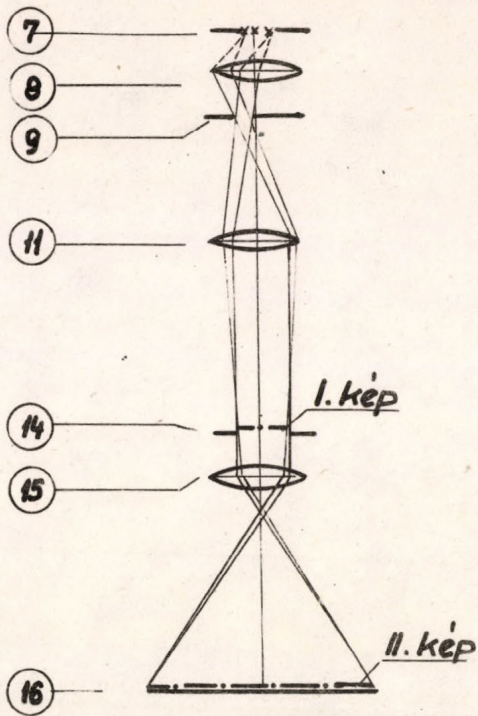


I. ábra.

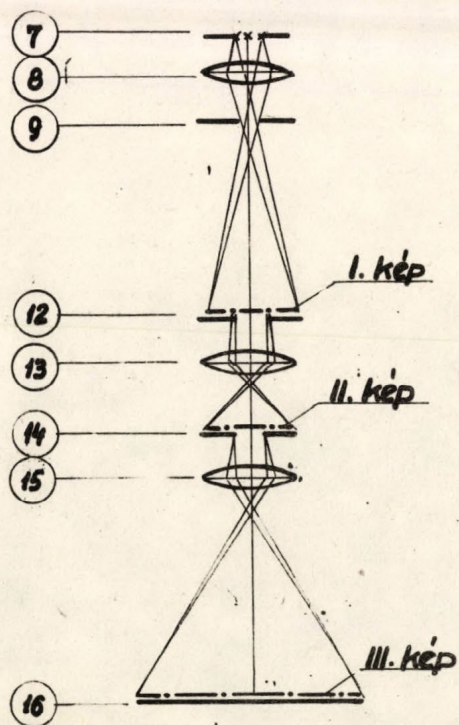
SEM 3 elektronmikroszkóp elektronoptikai rendszere. 1 katód; 2 Wehrelt henger; 3 anód; 4 mágneses sugárirányító; 5 kondenzor lencse; 6 kondenzor blende /cserélhető/; 7 tárgyasztal; 8 objektív lencse; 9 objektív blende /cserélhető/; 10 szelektor blende /cserélhető/; 11 első közbülső lencse; 12 második közbülső lencse blendéje /fix/; 13 második közbülső lencse; 14 projektív blende; 15 projektív lencse; 16 képernyő. A feltüntetett sugármenet 10 ooc: 1 nagyításra érvényes. Ennél kisebb nagyítások és elhajlási képek az első közti lencsével, nagyobbak, a második közti lencsével állíthatók be.



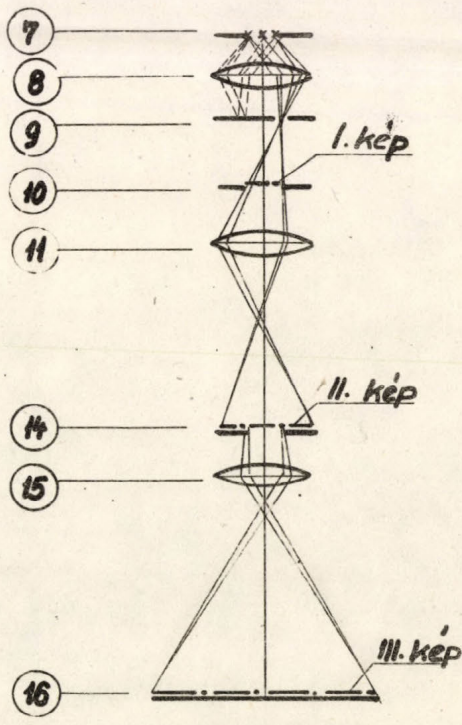
1a. ábra



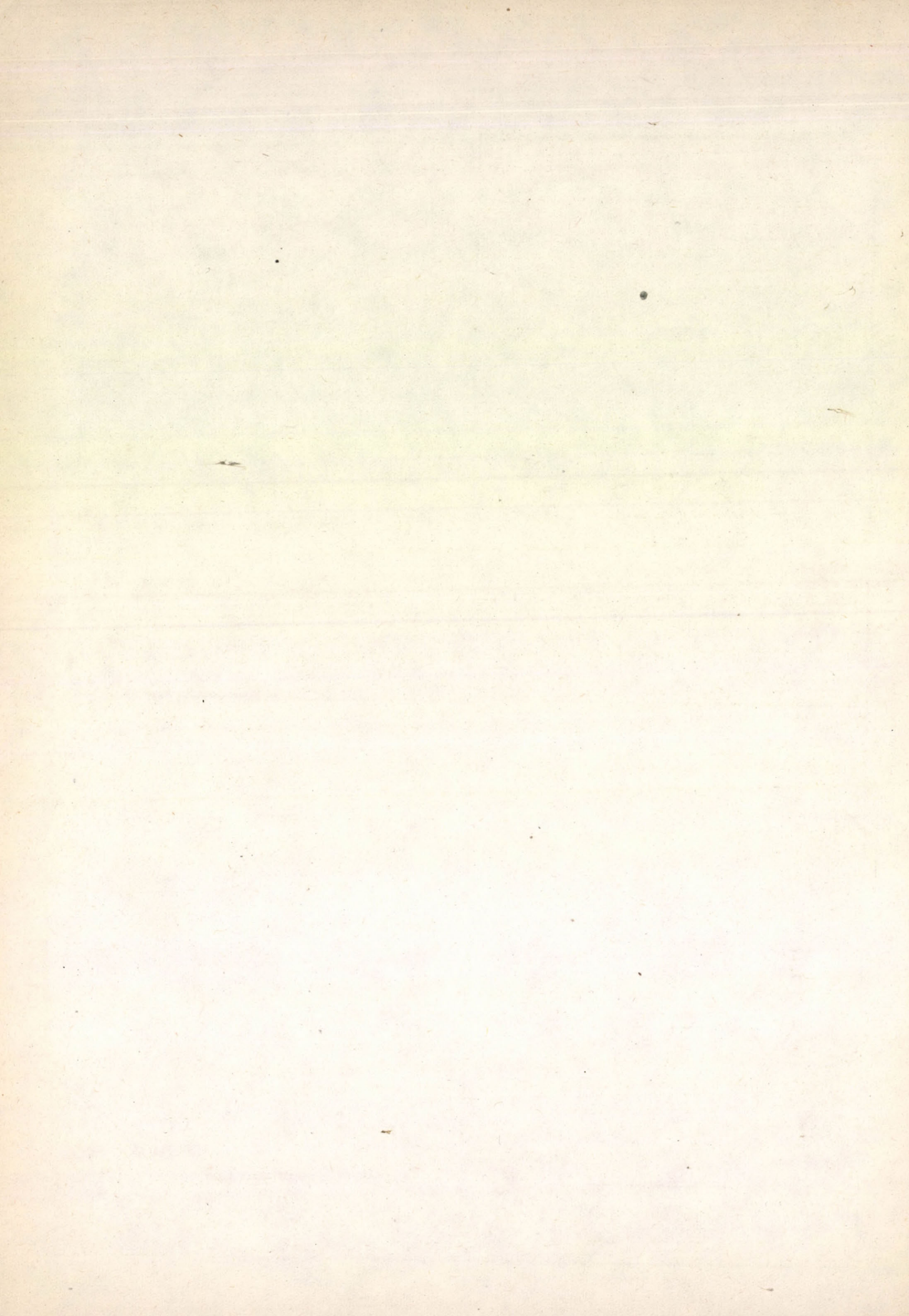
1b. ábra



1c. ábra



1d. ábra



A tárgycsere dugattyus zsiliprendszerrel történik, s ennek során olyan kevés levegő jut a vákuumtérbe, hogy a működési vákuum a csere után 30 s-nál hamarabb újból előáll. A preparátum teljes cseréjéhez szükséges idő kevesebb 60 s-nál. A készülék tápegysége külön mozgatható asztalban van elhelyezve és teljesen elektronikus megoldásu.

A fentiekben röviden ismertetett elektronmikroszkóp kiszolgálására rendelkezésre állnak a preparációs munkához szükséges további berendezések is. Ezek közül legfontosabbak: Balzers gy., BA 350 G vákuumgőzölő berendezés, ultramikrotom, elektropolirozó készülék, mikroszkópok, stb.

A Műszerügyi Szolgálat Elektronmikroszkópai Laboratóriuma tehát elsősorban elektronmikroszkóppal nem rendelkező intézmények részére végez rutinvizsgálatokat. Ezek a vizsgálatok kiterjedhetnek preparátumok készítésére, preparációs módszerek kidolgozására, felvételek készítésére és azok kiértékelésére is, valamint egyes részletmunkákra, mint pl. csak felvételek készítése másutt kidolgozott preparátumokról. Vállal a Laboratórium kisebb mértékben a BA 350 G típusu vákuumgőzölővel elvégezhető feladatokat is. /Ezt a készüléket e kiadvány más helyén ismertetjük./

A Laboratórium látja el a Műszerügyi Szolgálathoz érkező elektronmikroszkópai tárgyú kérdésekre /pl. elektronmikroszkópok beszerzésére és laboratórium berendezésére/ vonatkozó szaktanácsadást is.

/Peres Tibor/

K Ü L F Ö L D I M Ű S Z E R U J D O N S Á G O KMI-1305 M. KÉTSUGARAS TÖMEGSPEKTROMÉTER

/Maspriborintorg, Szovjetunió/

Az MI-1305 M típusu tömegspektrométer 1 - 400 tömegszámmal rendelkező gázok, folyadékgőzök és szilárd anyagok izotóptartalmának elemzésére szolgál. A készülék kétsugaras elrendezései, azaz két kollektora és két független elektronikus erősítője van, ami lehetőséget nyújt arra, hogy egyidejűleg az elemzendő anyag két izotópjának megfelelő ionáramot mérjünk. A tömegspektrométer működési elvét tekintve ismert módon hajtja végre az elemzéseket. Az ionizált részecskék az elektromágnes térben eltérítve felgyorsulnak, majd keskeny résen át az e/m aránynak megfelelően kollektor rendszerbe jutnak, az itt keltett áramot egy EPP-09 típusu elektronikus kompenzográf regisztrálja.

Az MI-1305 M típusu készülék a hasonló készülékekhez viszonyítva több előnyös vonással rendelkezik:

- 1/ a vákuum rendszer és az adagoló rendszer rozsdamentes acélból készült;
- 2/ részecske-csapda új konstrukciója jelentősen csökkenti a maradék háttérrel;
- 3/ új típusu ionforrás alkalmazása növeli a készülék érzékenységét;
- 4/ cserélhető kollektortömbök sorozata jelentősen kibővíti a kétsugaras mérések alkalmazhatóságát.

A tömegspektrométer 3 fő egységből áll: elemzőből, mérő- és regisztráló egységből és adagoló rendszerből.

Fontosabb műszaki jellemzői a következők:

tömegszámtartomány: 1...400;

tömegszámok mérési hibája: $\pm 0,5$;

feloldóképesség: nagyobb mint 400;

izotóparány mérésének közepes relatív hibája: $\pm 0,2\%$;

analizátor térben uralkodó nyomás: $3 \cdot 10^{-7}$ Hg mm;

ionáramerősítő maximális érzékenysége: első erősítőben $5 \cdot 10^{-14}$

második erősítőben $5 \cdot 10^{-15}$ A;

hűtővíz szükséglet: 5...6 l/min;

MODEL Q 01 DECI-MICROBALANCE

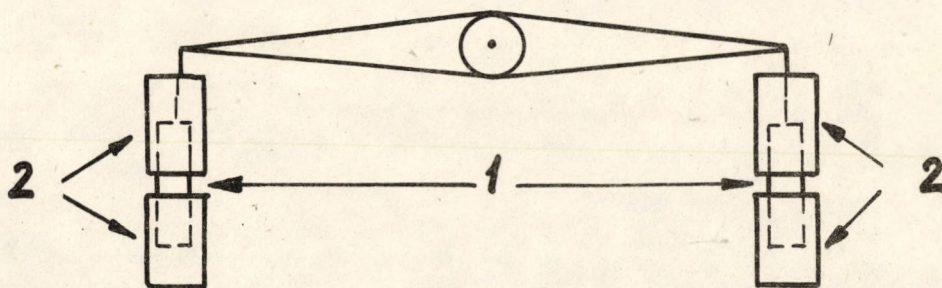
/Decimikromérleg, L. Oertling Ltd. gy., Anglia/

Az Oertling angol mérleggyár újabb típusu mikromérlege figyelemreméltó adatokkal rendelkezik. A szokványos ékek alkalmazását a mérlegkaroknál teljesen kiküszöbölték és a mérlegkar teljesen kvarcból készült. Utóbbi biztosítja, hogy a mérleg rázkódásra nagymértékben érzéketlen. A hőszigetelő csőházakban elhelyezett mérlegserpenyők átmérője 12,7 mm, a felrakási magasság 19,1 mm. Leolvasás elforduló számtárcsán és egy 0,1 μg osztású dobon történik, amelyeket méréskor a mérleg alsó középrészén elhelyezett fénymutató nullműszer jelzése alapján állítunk a kívánt értékre. A torziós fej érzékenysége: 0,1 μg , számtárca osztástávolsága 2,7 mm, terhelhetőség: 250 mg.

ELECTRONIC MICROBALANCE

/Elektronikus mikromérleg, Camlab /Glass/ Ltd.gy., Anglia/

Ez az új típusú vákuum-mikromérleg elektronikus áramkörrel működik. A mérlegkar hőmérsékletváltozásokra nagymértékben érzéketlen torziós szálon függ, a torziós merevség csökkentésére a kar súlypontja a forgástengely fölé esik. A villamos működtetéshez a mérlegben hat tekercs szolgál, amelyek közül az 1. ábrán látható módon négy rögzített helyzetű, míg kettő a mérlegkarok végén felfüggesztve belelóg a rögzített tekercsekbe.



1. ábra.

1 - felfüggesztett tekercsek,

2 - rögzített tekercsek

A rögzített tekercsekben állandóan 1 kHz-es váltakozóárammal szuperponált egyenáram folyik. A mérlegkar bármely irányu elmozdulása esetén a belső tekercsekben olyan indukált áram keletkezik, amely arányos a mérleg megterhelésének változásával. A mutatós műszer skálája 200-as osztású, ahol egy osztás 1, 10, vagy 100 μg -nak felel meg, a három választható méréstartománynak megfelelően. A méréstartomány bővítésére kompenzáló feszültség kapcsolódik a műszeráramkörbe, amikor a mutató a végkitéréshez ér.

Ez végül is 10 000 egységnyi tartományt jelent 50 fokozatban. További kézi súlyfelrakással 1 mg-os lépésekben a méréstartomány 1 g-ig bővíthető a vákuum megszakítása nélkül.

A kompenzáló feszültséget egyenárammal táplált 50 tekercsből álló potenciométerről nyerjük, amelynek tekercsei biztosítják, hogy a belső és külső mérlegtekercsek közötti egyenáram 0,01%-ig stabil marad. Speciális tervezési megoldások biztosítják, hogy az érzékeléshez szolgáló elektronikus áramkör stabilitása 0,1%-os legyen. Az összes nagypontosságú műszerelemek, beleértve a normálelemet és a diszkriminátor áramkör első fokozatait is, $\pm 0,5^\circ\text{C}$ pontosságú termosztátban vannak elhelyezve.

MODEL 60 RECORDING SPECTROPOLARIMETER

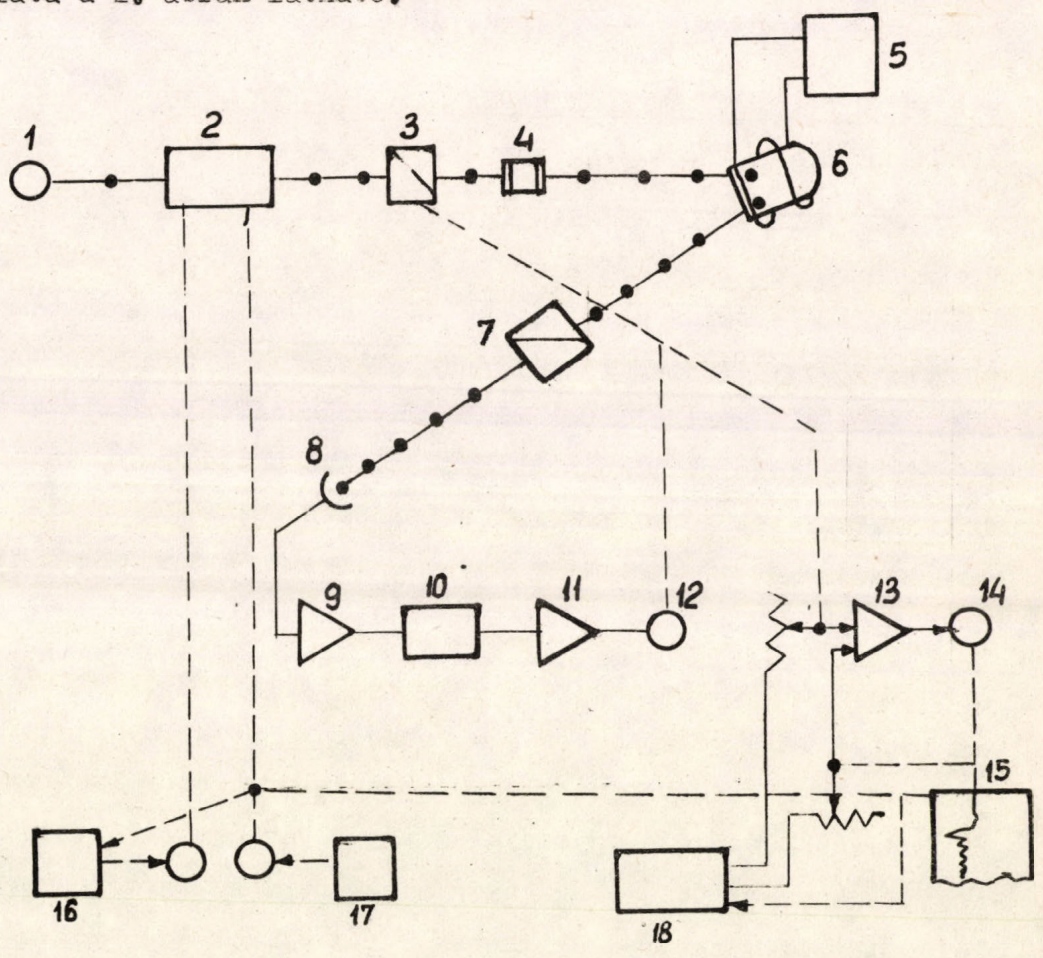
/Regisztráló automatikus spektropolariméter, Applied Physics Corporation gy., USA/

A "Cary"-műszerek jelzéssel forgalombahozott fizikai-kémiai szerkezetvizsgáló és elemző készülékek során új típus ez az automatikus spektropolariméter. A készülék a rotációs diszperzió automatikus regisztrálására szolgál. Kettős monokromátora igen nagy fényerősséget biztosít, elhanyagolható szórt fény mellett. A mintatér fogat egészen 0,25 ml-ig terjedhet.

A spektropolariméterben a monokromátor által előállított sugár a polarizátoron és a mintán áthaladva egy Faraday-cellába jut. Ez lényegében egy tekercsel körülvett olyan kvarchenger, amely az ismert Faraday-effektus felhasználásával a polarizált sugárnyaláb síkját periodikusan ide-oda azonos szögértékkel eltolja.

Igy a polarizátorhoz képest kereszttezett állásban lévő analizátor után elhelyezett fotosokszorozóban olyan váltakozó áram keletkezik, amelynek értéke a minta nélküli alaphelyzetet jellemzi. Ha a minta a polarizált

fény síkját elfordítja, akkor ennek következtében az impulzusok amplitudója nem marad azonos, hanem az elfordítás irányában megnő, ellentétes irányban pedig lecsökken. Ebből a felharmónikusokat is tartalmazó áramból az alapkomponeens kiszűrve kerül egy szervomotorba. A motor a polarizátor elfordításához és a regisztráló működtetéséhez szükséges áramot szolgáltatja. A polarizátornak a minta szögelfordításával ellentétesen egyenlő fordítását tehát a szervomotor árama automatikusan végzi, a regisztráló pedig az ezzel arányos jelet rögzíti. A spektropolariméter működésének vázlatja a 2. ábrán látható.



2. ábra.

- 1.- fényforrás /xenon-iv//, 2 - monokromátor, 3 - polarizátor, 4 - minta,
- 5 - Faraday-tekerecs, 6 - Faraday-cella, 7 - analizátor, 8 - fotosokszorozó,
- 9 - előerősítő, 10 - szűrő, 11 - erősítő, 12 - szervomotor,
- 13 - regisztráló-erősítő, 14 - regisztráló-motor, 15 - regisztráló,
- 16 - résállító program, 17 - hullámhosszállítás, 18 - mérési tartomány,
- és nullhelyzet beállítás.

A készülék fontosabb jellemzői a következők:

érzékenység: $4 \cdot 10^{-4}$ fok, 400 nm-nél 1 mm sávszélesség mellett;

hullámhossz tartomány: 185 - 600 nm, lineáris;

feloldás: résprogram szerint választható, vagy kézi állítással szabályozható;

mérési tartományok: 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 fok skálavégkitéréssel, 28 cm széles papíron;

nullapont korrekció: $\pm 0,1$ fok, a teljes szinképtartományban.

PYE RADIOCHROMATOGRAPHY EQUIPMENT, CAT. NO. 12700

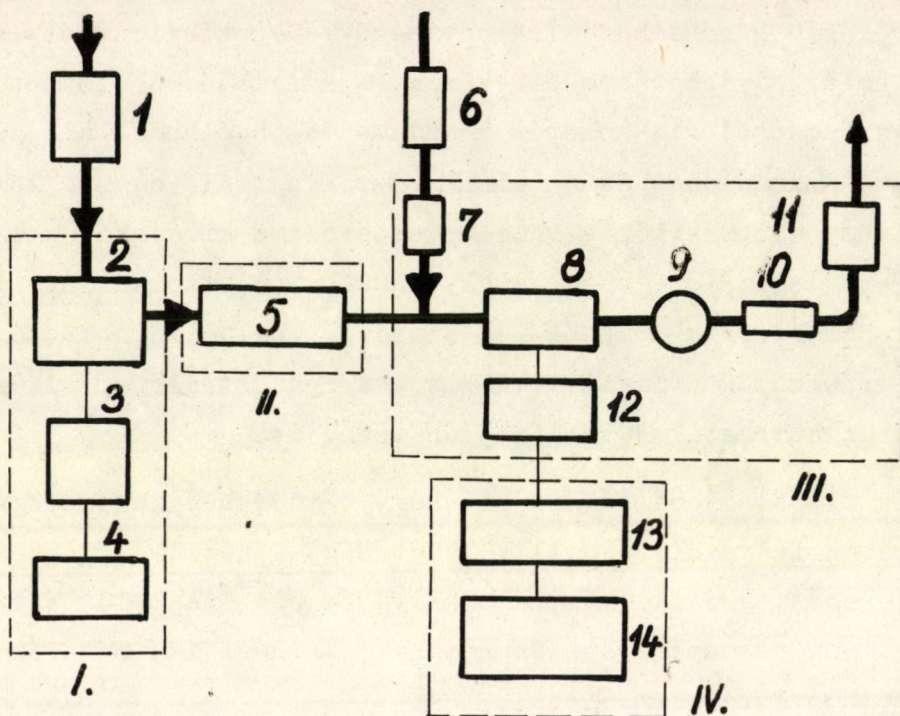
/Radiokromatográf, W.G.Pye et Co. Ltd. gy.; Anglia/

A gáz-folyadék /GL/ kromatográfia kombinációja az izotóppal megjelölt komponensek radioaktivitásának mérésével hatékony módszert jelent a kémiai és biokémiai szintézisek és lebontások vizsgálatához. Az angol műszergyár új gázkromatográfjának alkalmazási területe C^{14} -el jelölt zsírsavak bioszintézisének tanulmányozásánál, az aktív köztitermékeknek az anyagcsere folyamatok közbeni azonosításánál, valamint megjelölt vegyületek tisztaságának ellenőrzésénél eredményesen alkalmazható. A készülék elsősorban a cég már ismert "Argon Chromatograph", ill. "Panchromatograph" készülékeihez illeszthető.

A kromatográf oszlopába vezetett, megjelölt mintát tartalmazó gáz az oszlopból való kilépésekor egy részében a szokványos gázkromatográfias detektor segítségével az elegyösszetétel regisztrálására szolgál. Másik maradék részlete egyidejűleg egy olyan égető kályhába jut, ahol a szerves anyagok CO_2 és H_2 gázzá alakulnak. Az égető egység két égető kályhából áll, amelyek egyikében a réz /II/oxid a szerves vegyületet $CO_2 + H_2O$ elegyvé alakítja. A vizgőz a következő vasreszeléktartalmu kályhában tovább redukálódik hidrogémmé. Ha tehát C^{14} -el illetve H^3 -al jelölt vegyület haladt át az oszlopon, ugy ilyenkor radioaktív CO_2 és trícium keletkezik, melynek a radioaktivitása mérhető, ill. regisztrálható. Ezt követőleg a gáz abszorbenseken elnyelődik.

A proporcionális számlálócsövet tartalmazó egységbe belépés előtt, az argon-vivőgáz gázáramhoz kismennyiségű /4%/ széndioxidot is adagolnak a jobb számlálási lehetőség érdekében. A számlálócső ólomköpenybe helyezett sárgarézcsőből áll közepén rozsdamentes acélhuzallal, amely teflonszigetelésű. A számlálócső és a rateméter-regisztráló egység között egy EKCO N 688A típusú előerősítő is van. Az előerősítő kimenetéhez csatlakozik a rateméter-regisztráló egység, amely EKCO N 701A típusú ratemétert és egy Honeywell "Elektronik" típusú regisztrálót foglal magában. A rateméter a beérkező impulzusok átlagát továbbítja a regisztrálóra, miközben biztosítva van az automatikus törlési lehetőség is.

A készülék figyelemreméltó vonása, hogy egyidejű gázkromatogramok és rádiokromatogramok felvételére nyílik lehetőség. A készülék gázkromatográfiás ill. radiokromatográfiás utvonalának végén elhelyezkedő regisztrálók papírtovábbítási sebessége összehangolható. A készülék működési elvét a 3. ábra tömbvázlata szemlélteti.



3. ábra.

I - gázkromatográf egység; II - égető egység; III - számláló egység;
IV - rateméter-regisztráló egység;

1 - argongáz-szárító, 2 - gázkromatográf-elemző, 3 - elektronikus egység, 4 - regisztráló, 5 - égető kemence, 6 - CO₂-szárító, 7 - mennyiségmérő, 8 - számlálócső, 9 - abszorpciós edény, 10 - CO₂-indikátorcső, 11 - mennyiségmérő, 12 - előerősítő, 13 - rateméter, 14 - radio-kromatogram-regisztráló.

A készülék fontosabb jellemzői a következők:

I. égető egység

belépési fűtőköpeny hőmérséklete: 50...125; 125...175; 175...250 °C
között változtatható;
égetőcső hőmérséklete; 850...950 °C;

II. detektor

számlálócső hossza: 100 mm /10 ml térfogat/;
számlálási hatásfok: C¹⁴-re kb 70%, H³-ra kb 40%;
háttér számlálás: 15...30/min;
holtidő: 20 μ s;
előerősítő teljesítménye: 100-szoros;

III. ratemeter-regisztráló egység

bemeneti amplitudó: min. -5 mV;
erősítő teljesítménye: 25 x-től 1000 x-ig 6 fokozatban
/26 dB-től 38 dB-ig/;
nagyfeszültségű kimenet: +250V-től +2500 V-ig változtatható
2 fokozatban;
erősítő stabilitása: 0,025 % feszültség-ingadozásra
/1 kV-os kimenetnél /;
diszkriminátor: 5...50 V, ill. 5...100 V két tartományban; számlálási tartományok: 3 imp/s-től 3000 imp/s-ig hét fokozatban az 1/3-os csillapításnál 9...9000 imp/s-ig; nullpont stabilitás: jobb mint 0,3% 10%-os feszültségváltozás mellett;
regisztrálási tartomány: -1,0 mV-től +10 mV-ig, ill. -0,1 mV-től +1,0 mV-ig;
válaszolási idő: 1 s;
pontosság: $\pm 0,25\%$;
bemeneti impedancia: 25 000 Ω -ig
papírtovábbítási sebesség: 5...120 inch/h /12,5...300 cm/h/.

MODEL 6010 DYNACON ELECTROMETER.

/Nuclear-Chicago Corp. gy., USA /

Az izotópos méréstechnika mellett más területeken is, pl. biológiai vizsgálatoknál, félvezető vizsgálatánál szükség van igen kis feszült-

ségek, áramerősségek, ill. elektromos töltések mérésére. A Nuclear Chicago Corp. amerikai cég új műszere nagy bemeneti impedanciával rendelkező rezgőkondenzátoros elektronikus elektrométer. A hasonló típusú elektrométerek családjában ez a műszer néhány különösen jellemző adata és széleskörű alkalmazhatósága folytán tűnik ki.

A készülék két fő része, az erősítő egység és a rezgőkondenzátort tartalmazó jelátalakító egység egymástól távolabb /30 m-ig/ is elhelyezhető. Az erősítő kimenetére 10 mV-os ill. 1 mA-es regisztráló csatlakoztatható. Nagypontosságú méréseknél az elektrométer nullműszerként is működik.

Árammérésre kétféle módszer is szolgál:

- 1/ az aránylag nagyobb, 10^{-6} -tól 10^{-12} A-es áramok egy ismert ellenálláson keresztül történő feszültségmérés útján határozhatók meg, míg
- 2/ az igen kis, 10^{-13} -tól 10^{-17} A-es áramok mérése egy kalibrált kondenzátor feltöltésével kapcsolatos feszültségváltozás alapján történhetik.

A mérendő áram kb. 40 pF-os maradék kapacitású rezgőkondenzátor nagyimpedanciájú oldalán lép be, és 240 Hz-es frekvenciával moduláltan kerül az erősítőegységbe, majd a fázisérzékeny diszkriminátorba. A negatív visszacsatolás áramkörében van az 1 mA végkitérésű mutató műszer is. A rezgőkondenzátornál fellépő maradék kontaktpotenciál kompenzálása a visszacsatolási körben alkalmazott feszültségforrás és potencióméter segítségével végezhető el. Ennek következtében az elektrométer kedvező stabilitással rendelkezik: 0,2 mV/nap állandó hőmérsékleten.

Az elektrométer fontosabb jellemzői a következők:

mérési tartományok: 3, 10, 30, 100, 1000 és 3000 mV; mutató műszer 1%-os, 1 mA végkitérésre;

válaszolási idő: az elektronikus áramkörben 0,25 s, a mutató műszere-n 0,5 s;

kis bemeneti $10^8 \Omega$ impedanciánál;

rövid idejű zaj: kisebb mint 0,02 mV eff. a 3 mV tartományban, hosszú

idejű stab.: $\pm 0,1$ mV/nap, 21 °C-on;

nagy bemeneti /nyitott/ impedanciánál:

bemeneti ellenállás: kb. $10^{15} \Omega$, az MS-1 földelő egység segítségével $10^{17} \Omega$ -ig fokozható;

háttér áram: állandó hőmérsékleten kevesebb mint 10^{-16} A, ez az MS1 egység segítségével a kondenzátor feltöltési módszernél $\pm 1 \cdot 10^{-17}$ A reprodukálhatóságot nyújt, egy óras üzemnél;

hőmérsékleti hatás: kondenzátorfeltöltési módszernél $+10^{\circ}\text{C}$ és $+40^{\circ}\text{C}$ között kb. $^{\circ}\text{C}$ -onként kisebb mint $3 \cdot 10^{-18}$ A;

kiegészítő egységek: Model T-4 Automatic Interval Time a feltöltési módszernél a pontos időtartam beállításához, Model R 1000 A és 8410, regisztrálók a folyamatos adatrögzítéshez.

/Solti Mihály/

U J M É R É S I M Ó D S Z E R E K

MÁGNESES MAGREZONANCIA SPEKTROSKÓPIA

Történeti bevezetés

A mágneses magrezonancia jelenségének felfedezése és különböző alkalmazási formáinak kidolgozása korunk egyik legmodernebb tudományos eredménye. A mai, spektroszkópiái jellegű méréseket az 1930-as években atom- és molekula nyalábok mágneses térben való elhajlásának tanulmányozása előzte meg. Estermann és Stern az eredeti Stern-Gerlach eljárást tökéletesítve ilyen módon határozták meg a proton mágneses momentumát. Rabi és munkatársai 1939-ben dolgozták ki az u.n. molekulanyaláb - rezonancia technikát, amellyel már nemcsak különbséget tudtak tenni az atommagok mágneses állapotai között, hanem észlelték ez állapotok közötti átmeneteket is. Ez az eljárás csak kísérleti szempontból különbözött Purcell és Bloch 1946-ban tett Nobel-díjas felfedezésétől, amikor is először észlelték a vízmolekula protonjainak tömegméretekben lejátszódó mágneses átmenetét. Az elmúlt években a mágneses magrezonancia vizsgálatának térhódítása igen gyors volt, az eredmények az eredeti várakozást messze felülmúlták és a kísérleti berendezések is nagy tökéletességi fokot értek el.

Elméleti alapok

Több elem atommagja úgy viselkedik, mintha tengelykörüli forgást végezne, azaz spinje van, ami a magok töltése következtében mágneses teret hoz létre. Így tehát ezek a magok mágneses momentummal rendelkeznek, amelynek irányítása egybeesik a forgástengellyel és nagysága a magtípusra jellemző. Leírására az alábbi egyenlet szolgál:

$$\mu_I = g_I \frac{ep_I}{2m_p c} \quad /1/$$

Ahol μ_I a mágneses momentum, m_p és e a proton tömege ill. töltése, p_I a szögimpulzus és g_I egy kísérletileg megállapítható faktor. A szögimpulzus kvantált mennyiség, az I spinkvantumszám nagyságától függ.

$$p_I = \frac{h}{2\pi} \sqrt{I(I+1)} \quad /2/$$

Ennek a kifejezésnek az /1/ egyenletbe helyettesítésével a μ_I -re a következő formulát kapjuk:

$$\mu_I = g_I \frac{eh}{4\pi m_p c} \sqrt{I(I+1)} = g_I \beta_I \sqrt{I(I+1)} \quad /3/$$

Ahol β_I a magok mágneses momentumának egysége és mag-magnetonnak nevezik. A következő táblázat néhány gyakorlatilag fontos izotóp spin-quantumszámát és β_I értékét tartalmazza.

I. táblázat

Izotóp	Spinkvantumszám	Mag-magneton
^1H	1/2	2,79255
^{13}C	1/2	0,70225
^{19}F	1/2	2,6285
^{31}P	1/2	1,1316
^{14}N	1	0,40365
^{17}O	5/2	- 1,8928

A magok mágneses momentumának külső mágneses erőtér hiányában nincs kitüntetett iránya, ha azonban ilyen erőtérbe helyezzük, a momentum már csak meghatározott irányban feket az erőtér irányához képest. E lehetséges elhelyezkedések számát a /2I+1/ kifejezés adja meg, ugyanis a kvantumfeltétel az, hogy a mágneses momentumnak a térerő irányába eső komponense $h/2\pi$ -nek M_I -szerese legyen, ahol $M_I = I, I-1, I-2, \dots, -I$. A különböző elhelyezkedések különböző energiatartalmu állapotokat jelentenek, a kisebb /negatívabb/ M_I érték mindig nagyobb energiákhoz tartozik.

A mágneses rezonancia módszere az energetikailag eltérő orientációk közötti átmenetek észlelésén alapul. Ezen átmenetek kiválasztási szabálya:

$\Delta M_I = \pm 1$, és mivel az orientációs energiaszintek egyenlő távolságra vannak egymástól, egy-egy magtípusra kis felbontáson csak egy abszorpciós sáv jellemző. A kiválasztási szabály figyelembevételével az átmenet energiaváltozását az alábbi kifejezés adja:

$$\Delta E_{M_I} = \pm g_I \beta_I H \quad /4/$$

Ahol H a külső mágneses térerő. A pozitív előjel abszorpciót, a negatív emissziót jelent. E folyamatok során átadott energiakvantum nagysága:

$$h\nu = g_I \beta_I H \quad /5/$$

Az egyes magtipusok számszerű értékeit behelyettesítve és 10^4 Oersted térerősséggel számolva a magokkal kölcsönhatásba lépő elektromágneses sugárzás frekvenciája a rádióhullámok tartományába esik, $10^6 \dots 10^8$ Hz közé. A proton rezonáns-frekvenciája ilyen mágneses térben 42,6 MHz. Hasonló körülmények között a ^{19}F , ^{31}P és ^{13}C izotópok frekvenciái 0,1 ; 17,2 ; ill. 10,7 MHz.

A mágneses magrezonancia módszer lényegében olyan rádióhullámu spektroszkópiai eljárásnak tekinthető, melyben az abszorpció ill. rezonanciamérés feltételeit az erős sztatikus mágneses tér teremti meg.

Mivel a mágneses térben levő magoknak a rádióhullámokkal való kölcsönhatásában az abszorpció és az indukált emisszió valószínűségei azonosak, nettó abszorpció csak akkor jön létre, ha az energiaszintek benépesülése egyenlőtlen, azaz pl. a proton esetében több alapállapotú mag van, mint gerjesztett. A Boltzman-féle energiaeloszlás alapján számított népesedéskülönbség igen kicsiny, $H = 10^4$ Oe és $T = 25^\circ\text{C}$ esetén tízmillió protonból csak héttel több foglal helyet a kisebb energiájú szinten. Ha ezt a differenciát a vizsgálat során állandó értéken lehet tartani, nagysága már elegendő a magrezonanciás mérések elvégzéséhez.

A differencia stabilizálását olyan, emisszióval nem járó u.n. relaxációs folyamatok biztosítják, amelyek a magasabbról az alacsonyabb energiaszintre viszik a magokat. Ezekkel kapcsolatban ki kell térni a mágneses magok precessziójára, amely a külső mágneses térnek a magok mágneses momentumára gyakorolt forgatónyomatéból ered. A precesszió körfrekvenciáját a Larmor-féle összefüggés adja meg:

$$\omega_L = \gamma H \quad /6/$$

Ahol ω_L a körfrekvencia, γ a magnetogirikus arány és H a külső térerő. A γ a mágneses momentum és a szögimpulzus hányadosa, s mint ilyen, jellemző a magtípusra. Az orientációs energiaváltozások rezonancia-természetét a precessziós kép alapján lehet megérteni. A lineárisan polarizált rádióhullám, amelynek mágneses vektora a rezonancia spektrométerekben a sztatikus mágneses tér irányára merőleges, két, egymással ellentétes forgásirányú cirkuláris komponens eredőjének fogható fel. A precesszióval egyező forgásirányú komponens a precessziót kiváltó forgatónyomatéokra merőleges forgatónyomatékát akkor tudja a mag momentumára kifejteni, ha körfrekvenciája azonos ω_L -el. Ekkor rezonanciaszerű energiaátcsere lép fel a mágneses momentum és a rádiófrekvenciás tér között. A magok relaxációjára a precesszió kétféle lehetőséget is nyújt. Az egyik, amelyet longitudinális vagy spin-közeg relaxációnak neveznek, abból áll, hogy a mágneses magokat tartalmazó molekulák hőmozgása fluktuáló mágneses tereket kelt és e térváltozások egyik harmonikus komponense kölcsönhatásba léphet a precesszáló magokkal. E kölcsönhatás eredményeképpen a magok orientációs energiájukat hőenergia formájában tudják leadni és a magok összességének a külső tér irányába eső eredő mágnesezési vektora nő. Ez a fajta relaxáció biztosítja a népesedéskülönbség fenntartását.

A másik mechanizmust transzverzális vagy spin-spin relaxációnak nevezik és a szomszédos, precesszáló magok mágneses tereinek egymásrahatásából ered. Ilyenkor a magok egymás között cserélik energiájukat, ami ugyan nem vezet a longitudinális mágnesezési vektor változására, de megszünteti azt a fáziskoherenciát, amely a rádiófrekvenciás térrel való rezonancia során létrejön. Ennek eredményeképpen csökken a sztatikus mágneses tér irányára merőleges síkban a rezonanciakörülmények között kialakult transzverzális mágnesezési vektor. A longitudinális ill. transzverzális relaxációra jellemző T_1 ill. T_2 időállandók igen fontosak a rezonancia spektroszkópiában. A T_1 inkább a rezonanciajel amplitudójára, a T_2 pedig a sávfélértékszélességre gyakorol hatást. Kristályos anyagokban a hőmozgás korlátozott volta miatt T_1 nagy, de a szomszédos spinek intenzív csatolódása következtében a T_2 kicsiny ami igen széles abszorpciós sávokat eredményez. Folyadékokban a hőmozgás jóval intenzívebb, ami egyrészt csökkenti a T_1 -et, másrészt növeli a T_2 -öt, így kevésbé telithető és éles jelekre vezet.

A rezonanciajel telithetősége az energiaszintek népesedéskülönbségének időbeli viselkedésével függ össze és mértékét az energianövelő rezonanciafolyamat és az energiacsökkentő relaxációs folyamatok dinamikus egyensúlya szabja meg. Jellemzésére az alábbi kifejezés szolgál:

$$Z_0 = [1 + \gamma^2 H_1^2 T_1 T_2]^{-1} \quad /7/$$

ahol H_1 a rádiófrekvenciás tér erőssége /amely jóval kisebb a sztatikus térnél/. Minél kisebb Z_0 , annál nagyobb a telitettségi fok. Nagy telitettség esetén a rezonanciajelek intenzitása kicsiny, a rezonanciaspektrumon való lassu áthaladáskor erős sávtorzulás lép fel. Tekintve, hogy a Z_0 döntő a jel intenzitása szempontjából, így végső fokon a vizsgálandó anyag minimális koncentrációját is megszabja.

Kémiai eltolódás és spin-spin csatolódás

A molekulák atommagjait különböző funkciójú elektronok veszik körül, amelyek induktív kölcsönhatásba lépnek a sztatikus mágneses térrel és azt módosítják a mag környezetében. Mivel az elektronfelhők tulajdonságai a kémiai kötéstípus függvényei, várható, hogy a rezonanciafrekvencia értéke érzékeny a magot tartalmazó atomcsoport kémiai jellegére. Az ilyen eredetű frekvenciakülönbség nagyon kicsiny, néhány vagy legfeljebb néhány száz milliomodrésze csak az alkalmazott rádiófrekvenciának, de a mai nagyfelbontású rezonancia spektrométerek lehetővé teszik pontos mérésüket. Tekintve, hogy az elektronfelhők indukált mágneses momentuma lineáris függvénye a gerjesztő tér erősségének, a kémiai különbségekből adódó frekvenciadifferencia is lineáris függvénye a sztatikus térerősségeknek. Emiatt a kémiai eltolódást relativ mennyiségként definiálják, az alábbi módon:

$$\delta = \frac{H_S - H_R}{H_R} \cdot 10^6 \quad /8/$$

Ahol H_S ill. H_R a vizsgált minta ill. a vonatkoztatási anyag rezonancia-térerőssége, amely lineáris összefüggésben van a rezonanciafrekvenciával:

$$\nu = \gamma / 2\pi \cdot H \quad /9/$$

A gyakorlatban a rezonanciakörülményeket fix rádiófrekvencia mellett a sztatikus tér változtatásával érik el, de a befutott térerősség intervallumot a /9/ képlettel átszámolva frekvencia egységekben fejezik ki, és ebben kalibrálják a spektrumok abszcisszáját is.

A kémiai eltolódás mérésének kiindulópontja megállapodás kérdése, protonrezonancia esetén általában tetrametilszilánt / $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$ / használnak vonatkoztatási anyagként, míg pld. a fluorrezonancia spektroszkópiában, Tiers javaslatára a triklórfluorometánt / CCl_3F /. A kémiai eltolódást okozó indukált elektronáramokat Pople után három csoportba sorolják: lokális diamágneses, paramágneses és atomok közötti diamágneses áramok. A diamágneses áramok csökkentik, a paramágnesesek növelik a mag által "észlelt" sztatikus térerősséget. A diamágneses áramok normál indukációs jelenséggé válhatnak fel és az anyagok alapvető, általános diamágneses viselkedésével állnak összhangban. A paramágneses anyagokban kompenzálatlan spinű elektronoknak a magmomentumoknál kb. három nagyságrenddel nagyobb mágneses momentumai nyomják el ezt az általános diamágneses viselkedést.

A paramágneses áramok úgy tekinthetők, mint a diamágneses anizotrópia alternatív felfogási formája. Ilyen anizotrópiát főként a π elektronrendszert tartalmazó molekulák mutatnak, de bizonyos fokú anizotrópiája az egyes kötéseknek is van.

Annak ellenére, hogy a protonrezonancia δ értékei a legkisebbek a szám-
bajhető izotópok közül, mégis ez a jelenség az oka a nagyfelbontású
magrezonanciaspektroszkópia robbanásszerű fejlődésének, mivel az organi-
kus anyagok nagy hidrogén tartalmát tekintve szinte korlátlan lehetőséget
nyújt a molekulaszervezet megállapítására. A II. táblázat a különböző,
hidrogén tartalmu csoportok vizre, mint vonatkoztatási anyagra vonatkozó
 δ értékeit tartalmazza, folyadék állapotú anyagok esetében.

II. táblázat

Funkciós csoport	Kémiai eltolódás / δ /
$-\text{SO}_3\text{H}$	$- 6 \pm 0,3$
$-\text{CO}_2\text{H}$	$- 6,4 \pm 0,8$
RCHO	$- 4,7 \pm 0,3$
RCONH ₂	$- 2,9$
ArOH	$- 2,3 \pm 0,3$
ArH	$- 1,9 \pm 1,0$
$=\text{CH}_2$	$- 0,6 \pm 0,7$
ROH	$- 0,1 \pm 0,7$
$-\text{OCH}_3$	$+ 1,6 \pm 0,3$
$-\text{CH}_2\text{X}$	$+ 1,7 \pm 1,2$
$\text{C}=\text{H}$	$+ 2,4 \pm 0,4$
$-\text{CH}_2^-$	$+ 3,5 \pm 0,5$
RNH ₂	$+ 3,6 \pm 0,7$
$\text{>C}-\text{CH}_3$	$+ 4,1 \pm 0,6$

A táblázatban szereplő δ értékek a /8/ egyenlet értelmében millimodrészek és a megjelölt intervallumok igen sok vegyületre vonatkozó tapasztalatot tükröznek.

A kémiai eltolódásból származó rezonanciajelek a felbontás fokozásával további komponensekre hasadnak fel, amelyek a rezonanciafrekvencia szempontjából nem ekvivalens magok elektronok által közvetített spin kölcsönhatásainak tulajdoníthatók. Tekintve, hogy az egyik ekvivalens magcsoport számára az egy, két kémiai kötés távolságban lévő másik ekvivalens csoport lehetséges spinkombinációi különbséget jelentenek az "érzékelte" sztatikus térerőben, a különböző kombinációk számának megfelelő multiplicitás lép fel.

Protonok esetén a multiplicitást az / $n + 1$ / kifejezés adja meg, amelyben n a szomszédos spincsoport protonszáma. Ha egy csoportot két különböző csoport fog közre, amelyek protonszáma: n_1 ill. n_2 , akkor multiplicitása / $n_1 + 1$ / . / $n_2 + 1$ / lesz. Így az igen tiszta etilalkohol rezonanciaszinképeben a CH₃, CH₂ és OH protonok multiplicitása rendre 3; 8; ill. 3.

A spin-spin multiplet komponenseinek szétválasztása független a külső sztatikus tértől, a gyakorlatban ezt a tulajdonságát használják fel a kémiai eltolódással szembeni megkülönböztetésére. A spincsatolódásból származó finomszerkezet igen bonyolulttá válik, ha a multiplet sávközei - amelyeket csatolódási állandónak neveznek és J betűvel jelölnek - megközelítik a kölcsönhatásban lévő csoportok δ különbségét.

A spin-spin kölcsönhatás részben vagy teljesen megszűnik, ha az egymáshoz közelebbi csoportok egyikében a lehetséges spinkombinációk nagyobb frekvenciával váltakoznak, mint az a csoportban érvényes J érték /Hz-ben kifejezve/. Ilyenkor a másik csoport spinjei számára csak a gyorsan váltakozó kombinációk átlaga érzékelhető. Ez a helyzet az aminosavak esetén, mert bár a protonok csatolódnak a nitrogén mag 1-es spinjével, azaz triplet szerkezet jönne létre, de az ^{14}N kvadrupólmomentuma csatolódást létesít a hőmozgásból eredő fluktuáló elektromos terekkel és a nitrogén mag relaxációja igen gyorsá válik.

A spin-spin csatolódást mesterséges eszközökkel is meg lehet szüntetni, ha az egyik csoport rezonanciáját megfelelő rádiófrekvenciával külön gerjesztjük, ilyen módon növelve meg relaxációs sebességét. Ezt a technikát kettős rezonanciának nevezik és általában akkor alkalmazható, ha a két csoport rezonanciafrekvenciái eléggé különbözőek.

A különböző protonok rezonanciajeleinek területe a tapasztalat szerint arányos az ekvivalens protonok számával, így a spektrum integrálásával a különböző protonok egymásközötti arányát is meg lehet állapítani.

A nagyfelbontású protonrezonancia kémiai alkalmazásai

A módszer legáltalánosabb felhasználási területe a molekulákban található funkcionális csoportok kimutatása és azonosítása, esetleg mennyiségi meghatározása. Ebből a szempontból jól kiegészíti az ultravioleta, látványos, és infravörös szinképtartományú vizsgálatokat. Különlegesen specifikus a módszer az aldehid és epoxi csoportok kimutatásában és jól alkalmazható az olefines és aromás telítetlenség azonosítására is. A vizsgálendő anyagokat a megfelelő felbontás érdekében tiszta folyadék állapotban, vagy lehetőség szerint apoláris oldószerrel készült oldatban vizsgálják és a korlátozott mintatérfogat miatt komoly kísérleti problémát jelent az oldékonyság. Az anyagigényre mérvado, hogy általában 0,2 ml 0,15 mólos oldat már jól értékelhető protonspektrumot ad,

Egyéb spektroszkópiai ágakhoz hasonlóan korrelációt igyekeztek találni a σ értékek és a szubsztituensek elektrosztatikus tulajdonságai között. Dailey és Shoolery megállapították pld., hogy az etilhalogenidek metil és metilén protonjainak σ különbsége, lineáris viszonyban van a halogének elektronegativitás értékeivel. Gutowsky és munkatársai széleskörű méréseket végeztek meta-, és para-szubsztituált fluorbenzolok ^{19}F rezonanciafrekvenciája és a szubsztituensek Hammett féle σ konstansa közötti összefüggés megállapítására, és azt találták, hogy a para ill. meta szubsztituensek pontjai külön egyeneseken helyezkednek el, továbbá, hogy a meta-szubsztituensek ilyen viselkedése eltérő az egyéb reakciókinetikai megfigyelésektől.

Shoolery 1955-ben a szubsztituenshatások additivitására nézve végzett kutatásokat és aciklikus rendszere CH_2 csoportjára jó egyezést kapott az elméleti és számított árnyékolási faktorok között.

A reakciókinetika szempontjából igen hasznosnak mutatkozott a rezonanciaspektrumok vizsgálata. Ecetsav/víz elegyek spektrumában csak egy hidroxil-proton rezonanciát észleltek, amiből arra lehetett következtetni, hogy az ecetsav és a víz között olyan protoncsere zajlik le, amelynek sebessége nagy a spin átmenetek élettartamához képest. Azt is megfigyelték, hogy az elegyek hidroxil-proton sávjának frekvenciája egyenes arányban áll az összetétellel, így annak meghatározására alkalmas.

Ha egy proton A és B környezetek között bizonyos sebességgel cserélődik, akkor a rendszer rezonanciaspektrumában megjelenő sávok alakjából megállapítható a proton átlagos élettartama az A ill. B környezetben.

A vizsgálatoknak az volt az eredménye, hogy a rezonancia módszer segítségével 0,1 és 0,0005 sec közötti átlagos élettartamu reakciópartnerek reakciói tanulmányozhatók.

Igen fontos következtetések vonhatók le a protonrezonancia alapján a hidrogénhidas asszociációkkal kapcsolatban is. Gränecher a fenol hidroxil-proton rezonanciáját vizsgálta többféle oldószerben a koncentráció függvényében. Tapasztalatai szerint a hidroxil-proton bázikus oldószerekkel való kölcsönhatása paramágneses eltolódást okoz, amelynek mértéke az asszociáció erősségétől függ.

Huggins és munkatársai többféle, fenoltipusu vegyület széntetrakloridos oldatait vizsgálva, és a rezonanciafrekvenciát végtelen higitásra extrapolálva megállapították, hogy az orto-klórfenol viselkedése elütő a para és meta izomerekétől, ami annak tulajdonítható, hogy e molekulában belső hidrogénhid van a klóratom és a hidroxil-proton között. A hidrogénhidasszociációk vizsgálata ismét olyan terület, ahol az infravörös spektroszkópia a magrezonancia spektroszkópia formájában fontos vetélytársat illetve segítséget kap.

Speciális területet jelent a belső rotáció illetőleg a magok ekvivalenciájának tanulmányozása.

A dimetilformamid szobahőmérsékletű spektrumában két metilproton sáv van, amely nem a formil-protonnal való spin kölcsönhatásból, hanem a metilcsoportok nem-ekvivalens természetéből ered. Ez bizonyíték arra, hogy a molekulában lévő CO-N kötés körüli rotáció gátolt, egybehangzóan az amidokról alkotott infravörös spektroszkópiái képpel. Melegítés hatására a rotáció meggyorsul és a metilsávok egybeolvadnak.

Phillips ilyenirányú vizsgálataiban azt is ki tudta mutatni, hogy a dimetilformamid savanyu oldatában a savi proton nem a nitrogénhez, hanem az oxigénhez kapcsolódik, tehát ez a molekula bázikusabb atomja.

Az etánszármazékok belső rotációja klasszikus terület az infravörös spektroszkópiában, elsősorban japán kutatók munkája nyomán. Ugyanezen vegyületek különösen elegánsan vizsgálhatók rezonanciaspektroszkópiával, akár a szubsztituálatlan protonok, akár szubsztituensként beépített fluormagok révén. Amennyiben többféle olyan konfiguráció képzelhető el, amelyekben akár a proton, akár a fluor nem ekvivalens helyzetekbe kerül, gátolt rotáció esetén több proton ill. fluor rezonancia lép fel.

Nem ekvivalens magok esetében a belső rotáció sebességének hőmérsékletfüggése hatást gyakorol a különböző helyzetekhez tartozó rezonanciasávok spektroszkópiái adataira, amiből a rotációs potenciálgátak nagysága kiszámítható.

Az N-etil-etilénimin nitrogénjének inverzióját is sikerült ezen a módon tanulmányozni. Megállapítható volt, hogy kb. 110 °C-on a molekula inverzió előtti átlagos élettartama kb. 0,015 s.

Kifejezetten sztereokémiai problémák is megoldhatók a magrezonancia spektroszkópiai eszközével, ugyanis a belső rotációs vizsgálatok bizonyossága szerint a proton rezonanciafrekvenciáját nemcsak a szomszédos csoportok kémiai természete, hanem azok intramolekuláris orientációja is befolyásolja. Ez a jelenség a távolfekvő csoportok árnyékoló hatására vezethető vissza. Ezen effektusok oka a kötések, de főként, a π elektron rendszerek diamágneses anizotrópiája.

Igy például ciklohexán származékokban az axiális és ekvatorális protonok frekvenciája eltérő, az axiálisok nagyobb frekvenciájúak. Kullnig, Schneider és Bernstein piranóz cukoracetátok anomer párjait vizsgálva a kétféle proton különbségét 0,65 milliomodrésznek találták.

A kettőskötés körüli geometriai izoméria vizsgálatára példa az 1,1-diszubsztituált etilének esete, ahol az egyik szubsztituens CH_3 csoport. A 2-helyzet protonjainak kémiai eltolódásbeli különbsége, azaz a metilcsoporthoz képest cisz ill. transz protonok δ értéke függ a másik szubsztituens jellegétől. Ha ez a másik csoport is metil, akkor a $\Delta\delta$ természetesen zérus, de értéke 0,5 milliomodrészre nő, ha a metilcsoport mellett $-\text{COOCH}_3$ foglal helyet.

Ezek a vizsgálatok teljesen szubsztituált etilénszármazékok esetén is alkalmasak a konfiguráció megállapítására, ami egyéb módszerekkel nagyon nehéz.

Curtin és munkatársai cisz és transz sztilbén rezonanciaspektrumaiból arra tudtak következtetni, hogy a transz izomerben a két fenilgyűrű gyakorlatilag koplanáris a kettőskötéssel. Ezzel szemben az 1,2-difenil-ciklopentán egyik geometriai izomerjében sem fekszenek az aromás gyűrűk azonos síkban. Megállapításaikat az olefinés proton viselkedésére építették, ami az aromás π elektronfelhő okozta távol árnyékoló hatással van összefüggésben.

A nagyfelbontású magrezonancia spektrométerek felépítése.

Mivel a magrezonancia létrehozásának feltétele egy erős sztatikus mágneses tér és egy hozzáképest megfelelően orientált rádiófrekvenciás tér, a spektrométerek négy leglényegesebb építőeleme a következő:

- 1/ igen erős és homogén mágneses teret létrehozó mágnes;
- 2/ a sztatikus mágneses tér igen szűk tartományon belüli folyamatos, lineáris változtatására szolgáló berendezés,
- 3/ rádiófrekvenciás oszcillátor;
- 4/ rádiófrekvenciás észlelő berendezés.

A mágnes kivételével az építőelemek a szokványos spektrofotométereket is jellemzik; a mágneses tér változtatása a monokromátor működéséhez hasonló, az oszcillátor a fényforrások megfelelője és az észlelő a detektor szerepét tölti be.

A mágneses tér létrehozásához általában elektromágnest használnak, ritkábban sztatikus mágnest. A mágnesek konstrukciója a nagyfelbontású készülékben igen kritikus, mivel a spin-spin multipletek felbontásához szükséges homogenitás $1/10^8$ arányu, azaz a megkívánt térerősségtől való eltérés néhány tizezer oersted esetén csak néhány tized millioersted lehet. Ennek eléréséhez nemcsak gondosan megválasztott anyagu és kiképzésű mágnespólusok, hanem nagyfoku elektromos és hőstabilitás is szükséges. Az inhomogenitás maradványainak kiküszöbölésére a mintát megfelelő sebességgel forgatják és a mágnes gerjesztőáramának u.n. ciklizáltatásával a forgástengely irányában is igyekeznek minél egyenletesebb térprofil kialakítani. A rádiófrekvenciás teret úgy orientálják, hogy mágneses vektora az alkalmazott sztatikus mágneses tér irányára merőleges síkban fekszen. Ezt a teret egy megfelelően orientált tengelyű tekercsel hozzák létre a mágnespólusok között.

Elyileg akár a mágneses tér, akár a rádiófrekvencia változtatásával elérhető a rezonanciapont, gyakorlatilag inkább a stabil rádiófrekvencia változó mágneses tér alternatívát választják. A mágneses tér változtatását a mágnesházba helyezett Helmholtz-tekercsekkel érik el, a tér homogenitásának befolyásolása nélkül. A változtatás lineáris módon történik.

A rádiófrekvenciás tér abszorpciós és diszperziós jeleket kelt a mintában. A diszperziós jel az abszorpciós jel első deriváltjának tekinthető és a kettő között $\pi/2$ fázisdifferencia van. A rádiófrekvenciás detektor mindkét jelet észleli és egyik funkciója éppen az, hogy a két komponens valamelyikét kiszűrve, az erősítőbe már csak egy komponenst továbbítson.

Az észlelés többnyire kétféle módszerrel történik, vagy rádiófrekvenciás hiddal, amikor a rezonanciakörülmények kialakulásával az oszcillátor tekercsben létrejövő változásokat észlelik, vagy a magindukciós módszerrel, amely két, egymásra merőleges tengelyű, azonos frekvenciára hangolt tekercs használatát teszi szükségessé.

A rádiófrekvenciás hid fázisban vagy amplitudóban történő szándékolt kibillentésével vagy a diszperziós vagy az abszorpciós jel észlelhető, a másik komponens hozzájárulása elhanyagolható.

A magindukciós vagy másnéven kereszttezett tekercses módszer esetén a fenti cél elérésére kisfokú kapacitív vagy induktív csatolódást hoznak létre a két tekercs között, így a megfelelő fázisu oszcillátorjel "beszivárogtatásával" a nemkívánatos komponens elnyomható.

A detektor kimenőjelét a célnak megfelelően oszcilloszkópra vagy vonalíróra viszik.

A rezonanciaspektrumok felvételi technikájával kapcsolatban több pontra érdemes kitérni. Említettük, hogy a felbontás növelésére a mintát tartalmazó kapillárist tengelye körül forgatják. Ha a kapilláris nem teljesen tengelyszimmetrikus vagy a fordulatszám nem megfelelő, a rezonanciasávok oldalán apróbb sávok jelentkeznek és zavarják a kiértékelést.

A rezonanciasávokon való gyors áthaladáskor is speciálisan módosul a jel, ugyanis a csillapodórezgést leíró képhez hasonló sávok jelentkeznek a jel haladási irányban vett távolabbi oldalán. Meg kell azonban jegyezni, hogy a gyors áthaladás kiküszöböli az egyes sávok eltérő relaxációs viselkedéséből fakadó telítődési tehát sávintenzitási problémákat és így különösen alkalmas arra, hogy a sávok integrált területei alapján a nem ekvivalens magok molekulán belüli relatív koncentrációját kiszámíthassuk. A csillapított rezgésképszerű sávvonulat jelenléte az integrálás eredményét nem befolyásolja, mivel a pozitív és negatív területek ebben egyforma nagyságúak.

A spektrumok jel/zaj arányának növelése érdekében célszerű az aktív mag koncentrációját fokozni abban a mintatérfogóban, amely térhomogenitási szempontból megengedhető. Tekintve, hogy a nagyfelbontású spektrumokat csak tiszta folyadékok vagy oldatok esetében lehet elkészíteni, a minta

molekulasulya és oldékonysága problematikus. Szélsőséges esetben igen kevés anyag is elegendő; Shoolery és Rogers kutatóknak sikerült 1,35 mg szteroid protonspektrumát felvenni.

A jel/zaj viszonyt a rádiófrekvenciás tér teljesítményének fokozásával is lehet növelni, de ekkor telítődési zavarok keletkeznek, különösen nagy relaxációs idők esetében. A Z_0 csökkentésére kismennyiségű paramágneses anyagot pld. difenilpikrilhidrazilt lehet a mintához adni. Ez általában nem befolyásolja számottevően a minta δ értékeit, de azért a paramágneses anyag koncentrációjának megállapítása kritikus, mert jelenléte egyben sávszélesedést is okoz.

Érdemes még említést tenni a spin-spin multipletek egyszerűsítésére használatos kettős rezonancia módszer kísérleti részleteiről is.

A csatolódo magcsoportok egyikének relaxációs sebességét megnövelendő a megfelelő rádiófrekvenciás tér teljesítménye elég nagy kell hogy legyen ahhoz, hogy a szóbanforgó csoportot mágneses értelemben telítse, míg a csatolódoástól megszabadított másik csoport rezonanciajelének észleléséhez jóval gyengébb rádiófrekvenciás tér szükséges. Ha a két magcsoport azonos típusu /pld. CH_3 és CH_2 csoportok/, egyszerű eljárást lehet alkalmazni, ami abból áll, hogy egy rádiófrekvenciás oszcillátort a két csoport kémiai eltolódásbeli különbségével egyenlő frekvenciával modulálnak. A gyenge modulációs oldalsávot használják az aktuális megfigyeléshez, míg az erős központi jellel telítik a csatolódoásból leválasztandó csoportot.

Ennek a módszernek érdekes alkalmazása paramágneses anyagot tartalmazó minták magrezonanciaspektrumának felvétele során a kompenzálatlan elektronspinből fakadó csatolódoás megszüntetése oly módon, hogy a mintát az elektronrezonanciaspektroszkópiában használatos üregrezonátorba helyezik és megárazzák a megfelelő mikrohullámu frekvenciával. A magrezonanciás tekercset vagy az üreg belsejébe, vagy külső felületére helyezik.

Néhány nagyfelbontású magrezonanciaspektrométerVarian gy. A 60 Spectrometer

Ez a berendezés talán a legalkalmasabb szerves kémiai kutatásokhoz. Rádiófrekvenciája 60 MHz, térerőssége 14 092 Oe, felbontóképessége $1/10^8$. Csak protonrezonancia észlelésére alkalmas, erősen automatizált készülék, amely a spektrumot Hz-ben, ill. milliomodrészben előrekalibrált papírra regisztrálja és egyben az integrálgörbét is felrajzolja. Frekvenciakalibrációs pontossága 0,2%-a a teljes frekvenciaintervallumnak.

Perkin-Elmer gy. NMR Spectrometer

A következő elemek vizsgálatára alkalmas: H, P, B, F és N. A felsorolt elemek bármelyik párja közti spin-spin csatolódás megszüntethető kettős rezonanciával. Protonra vonatkozó frekvenciája 40 MHz, mágneses térerőssége 9 400 Oe, felbontóképessége $1/10^8$. Ugyancsak előrekalibrált regisztrálópapírral, nyomtató integrátorral van ellátva. Mágneses permanens, $35 \pm 0,002$ °C-ra van termosztálva.

Associated Electronic Industries gy. RS2 Spectrometer

Univerzális készülék ^1H , ^2H , ^{11}B , ^{13}C , ^{17}O , ^{19}F és ^{31}P izotópok vizsgálatához használható. Protonra alkalmazott frekvenciája 60 MHz, felbontóképessége $1/10^8$. Elektromágneest tartalmaz.

Japan Electron Optics Laboratory gy. JNM-3H-60 Spectrometer

Általában protonrezonancia vizsgálatára szolgál, de külön rádiófrekvenciás egységek alkalmazásával egyéb izotópok is vizsgálhatók. Standard frekvenciája 60 MHz, felbontóképessége jobb, mint $1/10^8$, maximális térerőssége 14 500 Oe. Elektromágneest tartalmaz, detektora rádiófrekvenciás hid.

Japan Electron Optics Laboratory gy. JNM-C-60 Spectrometer

A Varian A 60-hoz hasonló kivitelű és célú berendezés, proton és fluorrezonancia vizsgálatához. Standard frekvenciája 60 MHz, fluorra: 56 448 MHz. Maximális térerőssége kb. 14 100 Oe, maximális felbontóképessége $1/10^8$. Detektora rádiófrekvenciás hid, mágneses elektromágnes. Regisztrálópapírja mindkét egységben előrekalibrált, és a készülék integrálgörbét is rajzol.

Irodalom

- 1/ Jackmann, L.M.: Application of Nuclear Magnetic Resonance in Organic Chemistry. London, Pergamon, 1962.
- 2/ MMR and EPR Spectroscopy by The NMR-EPR Staff of Varian Associates, Symposium Publications Division, London, Pergamon, 1960.
- 3/ Thompson, H.W.: Advances in Spectroscopy. Vol. 2. New York, Interscience Publ. 1961.
- 4/ Walker, S. - Straw, H.: Spectroscopy. Vol. I. London, Chapman and Hall, 1961.
- 5/ Roberts, John D.: Nuclear Magnetic Resonance - Application to Organic Chemistry. New York, McGraw-Hill, 1959.

/Nemes László/

M É R É S I I G É N Y K U T A T Á S

A Szolgálat kölcsön- és szolgáltató műszerparkját legnagyobb részben a használók részéről felmerülő igények alapján szereztük be. Ilyen információk gyors és minél teljesebb megszerzése egyik fő törekvésünk. Különösen nagy értékű műszerek esetén szeretnénk előre tájékozódni, hogy mekkora igényre számíthatunk, mert csak így lehet a gazdaságos kihasználás kérdését tisztázni. Ezt a célkitűzésünket Közleményeinkben avval is igyekszünk szolgálni, hogy ismertetjük néhány nagyobb beszerzési terv elképzelésünket, amelyekhez kérjük az igény bejelentését.

128 CSATORNÁS ANALIZÁTOR, NK-103 TÍPUS

/KFKI Kisérleti Mintagyártó Üzeme gy./

Időben és amplitudóban statisztikus eloszlású jelsorozat impulzusainak 128 amplitudótartomány szerinti osztályozására, tárolására és a tárolt tartalom megjelenítésére szolgál. A tárolt információt három különböző módon lehet kiolvasni:

- a/ a berendezéssel szállított papírszalagos nyomtató segítségével, amely a kinyomtatás időpontjáig az egyes csatornába összegyűjtött események /impulzusok/ számát rögzíti;
- b/ ugyancsak a berendezéssel szállított kettősszámrendszeres jelzőlámpás kijelzővel;
- c/ a berendezéssel szállított oszcilloszkópokról a teljes tárolt tartalom spektrum formájában.

Az analizátor elsősorban radioaktív sugárzások energiaspektrumának meghatározására készült, de felhasználható minden olyan területen, ahol a feladat impulzusamplitudó, vagy impulzusok közötti idő formájában megjelenő információ kiértékelésére, tárolására és megjelenítésére vezethető vissza.

Radioaktív sugárzások energiaspektrumának felvétele esetén az energiával arányos elektromos impulzusok származhatnak szcintillációs detektorokból.

Az analizátor alkalmas annak megállapítására, hogy egy radioaktív sugárzó milyen izotópokat tartalmaz. Az orvosi és biológiai kutatásokban a nyomjelző technikát teszi egyszerűbbé és pontosabbá. Élesen elválasztható a vizsgált sugárzás és a zavaró háttér-sugárzás.

Felhasználható továbbá - megfelelő előtétek alkalmazásával - feszültség vagy áram időbeli változásainak átlagolására, természetesen nem nukleáris területen is.

Főbb műszaki adatok:

Csatornaszám	128
Csatornaszélesség	0,5/1 V átkapcsolhatóan
Erősítési fokozatok	1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000
Alsó küszöbfeszültség	kb. 3...53 V /10 fordula- tu helipottal változtatható/
A bemenő jel polaritása	pozitív vagy negatív
A bemenő jel felfutási ideje	0,3...4 μ s
Maximális beütésszám	50 000 imp/s
Holtidő: állandó	210 μ s
változó	82 + N μ s /N=csatornaszám/
Nonlinearitás /erősítővel/ a 3. csat.-tól kezdve/	tipikusan \pm 0,25% max. \pm 0,5% /integrális/
Koincidencia kapu /prompt és késleltetett koinciden- cia és távvezérlés céljára/ nyitószint	+ 20 V egyenfesz. 7 μ s
késleltetés	
Antikoincidencia kapu /prompt antikoincidencia és távvezérlés céljára/ záró szint	+ 20 V egyenfesz.
Tárolási kapacitás	65535 imp/csatorna
Kinyomtatás ideje	kb. 5 min 128 csatornára
Bemelegedési idő	1 óra
Hálózati feszültség	220 V \pm 5%, 50 Hz
Teljesítmény felvétele kb.	2200 VA
Környezeti hőmérséklet	20...28 °C

ITV-10 RENDSZER

/Villamossági Televízió és Rádiókészülékek Gyára

/VTRGY/, Székesfehérvár, gy./

A legegyszerűbb ipari TV lánc egy kamerából és egy olyan képvisztaadó be-
rendezésből áll, amelybe a kamera vezérlő- és tápegysége is be van épít-
ve. Az objektív nem távvezérelhető és távolról nem váltható át, ez a lánc
csak olyan helyeken alkalmazható, ahol a kamera és a közvetítendő kép
közti távolság állandó, azaz a látószög nem változik.

Főbb jellemzői:

Áthidalható távolság: kamera és vezérlő-egység között max. 50 m,
további képviszAADókkal /ITV-18-1 tip.
monitorral/ max. 800 m.

Jeltovábbítás: video 75 Ω -os kábelén,

Felbontás: függőleges: 400 sor,
vizzintes: 300 sor.

Lineáritás: függőleges: $\pm 12\%$,
vizzintes: $\pm 10\%$.

Képméret a vezérlő-képviszAADón: 340 x 250 mm.

Használható képközvetítésre épületeken belül közepes képminőséggel.
Igy pl. az iparban egyes gépek, műszerek képeinek közvetítésére, ok-
tatásnál túl kicsi, vagy túl nagy tárgyak, valamint mikroszkópból
vagy testüregvizsgáló műszerekből kapott képek szemléltetésére.

ITV-11, ITV-12 és ITV-13 RENDSZEREK

/Hiradástechnikai KTSZ, Budapest, gy./

ITV 11-3, tip. Komplex kamera,

- " 12-4. " komplex kamera ipari kivitelben /védett burkolattal/
- " 13-1. " objektív F 28 /MOM gyártmány/,
- " 13-3. " objektív F 85 /MOM gyártmány/,
- " 13-7. " gumiobjektív /import/,
- " 15-2. " állvány panoráma fejjel,
- " 15-3. " forgó tárgyasztal,
- " 17-4. " távvezérlő pult,
- " 18-4. " nagyképcsöves monitor fémházba építve,
- " 20-2. " távvezérlő kábel.

A pulthoz négy kamerát és négy monitort lehet kapcsolni. A kamerához
egy további monitor is kapcsolható. A kamerák és a vevőkészülékek kö-
zötti legnagyobb kábelhossz 1200 m lehet. Az egész berendezés frekven-
cia multiplex rendszerrel működik, négy különböző OIRT csatornán. Ameny-
nyiben a kábelhosszuság 500 m-nél rövidebb, bármelyik kamerát, bárme-
lyik vevővel tetszés szerint lehet működtetni. A távvezérlő pultról a
forgótárgyasztal - amelyen a kamera van elhelyezve - vizzintes

300°-kal, függőlegesen 60°-kal mozgatható. Ugyancsak távvezérelhető az optikai részben a blende, a fókusz és gumiobjektívénél a látószög. Távvezérléssel állíthatók még a vidikon elektromos jellemzői is /fókusz, jellemez-feszültség, sugáráram/.

A kamerában 10 db elektroncső foglal helyet, továbbá egy darab Tungstram gyártmányú vidikon. Sorbontás a kép közepén 400 soros.

F Ü G G E L É K

Megjegyzés: A felsorolás a MTA Műszerügyi Szolgálatához 1963. IX. 1- 1963 XII. 31. közötti időszakban beérkezett olyan kölcsönözhető műszereket tartalmazza, amelyek a "Kölcsönműszerek Jegyzéke 1964" kiadványunkban még nem szerepelnek. Utóbbi kiadványunk kölcsönzési csoportunktól beszerezhető.

1/ HANGGENERÁTOR RC SRN tip. BN 4084

640 Ft.

/Rohde-Schwarz gy. NSzK/

Frekvencia tartomány: 2...20000 Hz /4 sávban/.

Frekvencia függőség: $\pm 2\%$.

Kimenet: aszimmetrikus.

Kimenő feszültség: I. 0...30 V, azaz + 30 dB /folyamatosan szabályozható/.

Belső ellenállás: 0...5 k Ω .Kimenő feszültség: II. 10 μ V ... 3 V, azaz - 100...+12 dB.

Fokozatok:	0,01 ... 0,1	mV, azaz - 100...-78 dB,
	0,03 ... 0,3	mV, azaz - 90...-68 dB,
	0,1 ... 1	mV, azaz - 80...-58 dB,
	0,3 ... 3	mV, azaz - 70...-48 dB,
	1 ... 10	mV, azaz - 60...-38 dB,
	3 ... 30	mV, azaz - 50...-28 dB,
	0,01 ... 0,1	V, azaz - 40...-18 dB,
	0,03 ... 0,3	V, azaz - 30...- 8 dB,
	0,1 ... 1	V, azaz - 20...+ 2 dB,
	0,3 ... 3	V, azaz - 10...+12 dB,

Belső ellenállás: 600 Ω .Pontosság: $\pm 3\%$, ± 10 V.

Torzítási tényező: kisebb mint 1 %, 2 és 10 Hz között;
kisebb mint 0,5 %, 10 és 20000 Hz között.

2/ MIKROVOLTÉRŐ UVM tip. BN 12011

780 Ft.

/Rohde-Schwarz gy. NSzK/

Feszültségmérőként:

Feszültség, illetve

szint méréshatár: 30 μ V ... 10 V, azaz - 90...+22 dB.

Fokozatok:	0,03 ... 0,1	mV, azaz - 90...-78 dB,
	0,1 ... 0,3	mV azaz - 80...-68 dB,
	0,3 ... 1	mV azaz - 70...-58 dB,
	1 ... 3	mV azaz - 60...-48 dB,
	3 ... 10	mV azaz - 50...-38 dB,
	10 ... 30	mV azaz - 40...-28 dB,
	30 ... 100	mV azaz - 30...-18 dB,
	100 ... 300	mV azaz - 20...- 8 dB,
	0,3 ... 1	V azaz - 10...+ 2 dB,
	1 ... 3	V azaz 0 ...+12 dB,
	3 ... 10	V azaz + 10...+22 dB.

Pontosság: $\pm 3\%$ /1000 Hz-es szinusz hullámnál/.

Negyedévi
kölcsöndij

Frekvenciatartomány:

aszimmetrikus bemenetnél: 20 Hz ... 20 kHz, illetve

20 Hz ... 1 MHz,

szimmetrikus bemenetnél: 30 Hz ... 20 kHz és

3 ... 600 kHz,

Frekvencia függőség: $\pm 2\%$

Bemenő ellenállás:

aszimmetrikus bemenetnél: /20 Hz - 1 MHz között/

nagyobb mint 500 k Ω , kisebb mint 40 pF,

szimmetrikus bemenetnél: /30 Hz - 20 kHz között/ nagyobb mint 20 k Ω ,

/ 3 - 600 kHz között /

kb. 3,5 k Ω .

Erősítőként:

Erősítési tényező: 0,1 ... 10000.

+20 dB/10	V	kb	0,1.
+10 dB/1	V	kb	0,3.
0 dB/1	V	kb	1.
-10 dB/300	mV	kb	3.
-20 dB/100	mV	kb	10.
-30 dB/30	mV	kb	30.
-40 dB/10	mV	kb	100.
-50 dB/3	mV	kb	300.
-60 dB/1	mV	kb	1000.
-70 dB/0,3	mV	kb	3000.
-80 dB/0,1	mV	kb	10000.

Bemenő ellenállás, frekvencia határ: mint a feszültségmérőnél.

Torzítási tényező: kisebb mint 3%.

3/ KETTŐS IMPULZUS GENERÁTOR G0 1005 tip.

810.-Ft.

/Solartron gy. Anglia/

Ismétlődési frekvencia: 10 Hz-1 MHz /1 μ s ... 0,1 s / 5 sávban.

Frekvencia függőség: $\pm 5\%$, 10 Hz ... 100 kHz között,

$\pm 7\%$, 100 kHz ... 1 MHz között,

Impulzus tartam: 250 ns ... 100 Ms, 5 sávban.

Pontosság: $\pm 5\%$.

Impulzus amplitudó: 0,7 V - 100 V, 4 sávban.

Pontosság: $\pm 3\%$.

Felfutási idő és kimenő impedancia:

3 V		amplitudó fokozatban; 20 ns felfut.idő; kimenő imp. = 75,
10 V	- " -	30 ns felfut.idő; kimenő imp. = 250,
30 V	- " -	60 ns felfut.idő; kimenő imp. = 750,
100 V	- " -	200 ns felfut.idő; kimenő imp. = 2,5.

Késleltetés: 250 ns ... 100 ms.

Pontosság: $\pm 5\%$.

Első impulzus: 100 ns tartam, 10 V ampl. polaritás neg. vagy
poz. kimenő imp. = 750.

Második impulzus: koincidenzában az első impulzussal.

4/ FOLYAMATOS VEZETŐKÉPESSÉGMÉRŐ /konduktométer/

1 960 Ft.

5300 A és 6520 A tip.

/LKB gy. Svédország/

Méréshatár: 0 ... 500, 0 ... 2000, 0 ... 10000 Ω .

Pontosság: $\pm 0,25\%$.

Mérőfrekvencia: 2000 Hz.

Regisztráló: 6520 A tip.

Pontosság: $\pm 1,5\%$.

Sebesség: 10, 20, 60 mm/h.

5/ MIKROFARADMÉRŐ KZT tip. BN 5400

200 Ft.

/Rohde-Schwarz gy. NSzK/

Méréstartomány: 0,01 ... 5000 pF /11 fokozatban/.

Pontosság: $\pm 3\%$.

Max. mérőfeszültség: 7 V.

Max. teljesítmény: 1 m VA.

6/ FREKVENCIAMÉRŐ WEN tip. BN 435

280 Ft.

/Rohde-Schwarz gy. NSzK/

Méréshatár: 10 kHz ... 30 MHz /7 fokozatban/.

Pontosság: $\pm 0,5\%$.

Érzékenység: 5 mV ... 20 V.

7/ NAGYFREKVENCIÁS MILLIVOLTMÉRŐ UVH tip. BN 12021
/Rohde-Schwarz gy. NSzK/

Frekvenciatartomány: 30 Hz ... 30 MHz.

Feszültségtartomány: 100 V ... 100 V, azaz
-80 ... + 12 dB /10 fokozatban/.

Aszimmetrikus bemenet: 500 k Ω || 10 pF.

Pontosság: ± 1 %.

8/ DIGITÁLIS FREKVENCIAMÉRŐ 3506 tip.

2 760 Ft.

/RFT /VEB Funkwerk Erfurt/ gy. NDK/

Méréstartomány: 0 ... 1 MHz.

Mérési idő: 1 ms, 10 ms, 100 ms, 1 s, 10 s.

Pontosság: ± 1 imp.

Időmérés: 10^{-5} ... 10^7 s.

Időimpulzus: 10 μ s, 100 μ s, 1 ms, 10 ms, 100 ms, 1 s, 10 s.

Pontosság: ± 1 időimp. \pm kvarcpontosság.

Quarznormália: 100 kHz $\pm 1 \cdot 10^{-6}$ /hét.

Bemenő feszültség: 0,5 ... 100 V.

Bemenő ellenállás: kb. 100 k Ω .

Bemenő kapacitás: 35 pF.

9/ UNIVERZÁLIS DEKÁDGENERÁTOR 6F-11 tip.

1 220 Ft.

/Clamann und Grahnert gy. NDK/

Frekvenciatartomány: 10 Hz ... 1,11 MHz /5 sávban/.

Frekvenciapontosság: 100 Hz ... 111 kHz között: $\leq 0,2$ %.

többi tartományban: $\leq 0,5$ %.

Frekvencia vándorlás: 10 %-os hálózati

feszültség változásra: $5 \cdot 10^{-3}$.

Kimenő amplitudó: 0,2 mV-100 V /7 sávban/.

Pontosság: 20 Hz ... 300 kHz közötti méréseknél: ≤ 2 %.

többi tartományban: ≤ 5 %.

10/ IMPULZUS GENERÁTOR IS 1-8 tip.

1 260 Ft.

/RFT /VEB Funkwerk Köpenick/ gy. NDK/

Ismétlődési frekvencia tartomány: 10 Hz ... 200 kHz.

Impulzus tartam: 20 ... 1100 ns /11 sávban/.

Pontosság: $\pm 5\%$.Impulzus amplitudó: 8 ... 25 V /150 Ω /.4 ... 12,5 V /75 Ω /.Pontosság: $\pm 2\%$.

Poz. imp. felfutási ideje: kisebb mint 10 ns.

Neg. imp. felfutási ideje: kisebb mint 11 ns.

11/ HANGSZINTMÉRŐ

600 Ft.

/Tesla gy. Csehszlovákia/

Méréstartomány: 44 ... 130 dB.

Frekvenciatartomány: 32 Hz ... 8000 Hz.

Fiziológiai korrekció: A, B, C görbe a nemzetközi szabványtervezet szerint.

Kondenzátor mikroformál.

A mikrofon érzékenysége: 0,3 mV/ μ bar.12/ HURKOS GALVANOMÉTER

510 Ft.

/VEB.C. Zeiss gy. NDK/

Belső ellenállás: kisebb mint 7,5 Ω .Áramérzékenység: $2 \cdot 10^{-7}$ A/skálarész, ill. $7 \cdot 10^{-8}$
A/skálarész.Feszültségérzékenység: $1,5 \cdot 10^{-6}$ V/skálarész, ill. $5 \cdot 10^{-7}$
V/skálarész.

Beállási idő: 0,8 s ill. 10 s.

13/ PROJEKCIÓS MIKROSKÓP MHP tip.

4 540 Ft.

/Sztanko gy. Szovjetunió/

Felül és átvilágításra használható vetítő mikroszkóp

Objektivek: 9x; 19,7x .

Okulárok: 7x, 10x, 15x .

Beépített megvilágítás.

14/ LUMINESZCENS MIKROSZKÓP ML-2 tip.

/Sztanko gy. Szovjetunió/

Binokuláris ferdetubus.

Okulárok: 4x, K 5x .

Objektívek: 10x, 20x, 40x, HI 90x, Ap 70x .

Színszűrők: vörös, zöld, narancssárga, lila, világos-
szürke, sötétszürke.

Fényforrás: higanygőzlámpa.

Fáziskontraszt berendezéssel.

Át- és felülvilágító mikroszkópként használható.

Mikrofotografáló feltétellel és fényképezőgéppel.

A kondenzor sötét és világos látóterü vizsgálatokhoz.

15/ EGYCSATORNÁS IMPULZUS ANALIZÁTOR VA-W-01 tip.

1 530 Ft.

/Vakutronik gy. NDK/

Bemenő impulzus: pozitív.

Méréstartomány: 5 ... 100 V.

Pontosság: $\pm 1\%$, $\pm 0,1\%$ V.

Csatornaszélesség: 0,3 ... 10 V.

Pontosság: $\pm 0,5\%$, $\pm 0,2\%$ V.Felbontóképesség: 5 μ s.

Kimenőimpulzus: 10 V neg.

Impulzustartam: kb. 1 μ s.

Impulzusforma: háromszög.

16/ POLARISZKÓP PS tip. /Belső feszültség vizsgáló

190 Ft.

/Meopta gy. Csehszlovákia/

Maximális távolság a polarizátor és analizátor
között: 450 mm.17/ NEDVESSÉGVIZSGÁLÓ KÉSZÜLÉK 3236 B tip.

70 Ft.

/LKB gy. Svédország/

Infralámpás.

Vizsgálható mintamennyiség: max. 10 g.

Méréstartomány: 0 ... 30 % nedvességtartalom.

